

wird durch Rohrstützen *b* in den untersten Theil des Gefäßes eingeführt und tritt durch Rohrstützen *c*, welcher *b* diagonal gegenüberliegt, in den folgenden Apparat. Auf diese Weise wird das Wasser gezwungen, den

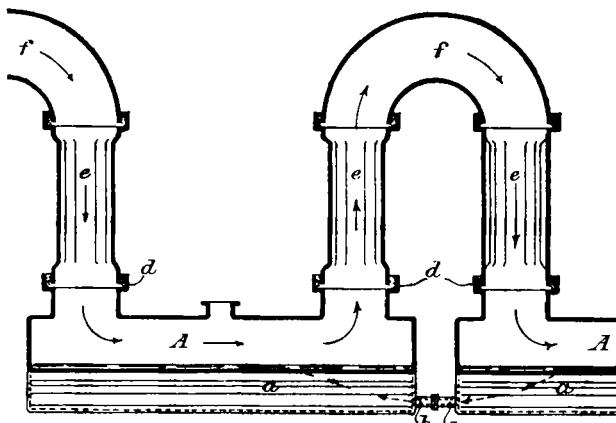


Fig. 276.

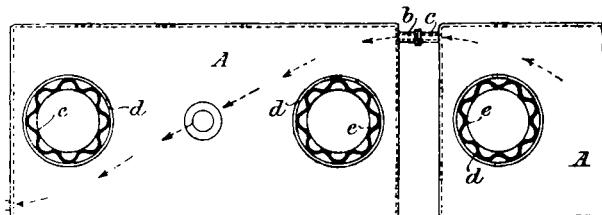


Fig. 277.

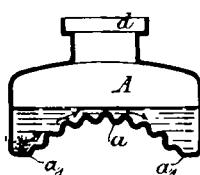


Fig. 278.

größten Weg zu machen, indem es einmal die ganze Länge des Apparates und zum anderen die Breite desselben durchläuft, und auf diesem Wege findet es in dem gewellten, gewölbteten Boden und auch den übrigen Wandungen, welche mit der Lust in Berührund stehen, eine grosse Kühlfläche. Das zu absorbirende Gas tritt durch Rohrstützen *d* in den Absorptionsapparat hinein und aus ihm heraus und wird von einem Apparat in den anderen durch gewellte Rohrstücke *e* und durch Bogenstücke *f* geführt. Die Wellung der Wandung von den Rohren *e* hat den Zweck, auch bei der Überleitung des Gases von einem Apparat zum anderen grosse Kühlflächen zu schaffen.

### Organische Verbindungen.

Zur Darstellung von m-Oxy-o-sulfo-benzaldehyd wird nach Angabe der Far-

benfabriken vorm. Fr. Bayer & Co. (D.R.P. No. 105 006) die Benzylidenverbindungen des m-Oxybenzaldehyds durch Behandeln mit rauchender Schwefelsäure oder deren Ersatzmitteln in Sulfosäuren übergeführt und diese der Spaltung unterworfen.

5 k scharf getrocknetes und fein gepulvertes m-Oxybenzylidenanilin werden unter Kühlung und gutem Rühen in 30 k rauchende Schwefelsäure von 65 Proc. Anhydidgehalt allmählich eingetragen, wobei Lösung stattfindet. Es wird nun so lange auf 40 bis 50° erwärmt, bis in einer auf Eis gegossenen Probe durch Ausziehen mit Äther kein m-Oxybenzaldehyd mehr nachweisbar ist. Die Sulfurierungsmasse wird bierauf auf Eis gegossen, wobei sich die gebildete Sulfanilsäure zum größten Theil abscheidet. Es wird hiervon abfiltrirt, das Filtrat gekalkt und die Sulfosäuren durch Umsetzen der Kalsalze mit Soda in ihre Natriumsalze übergeführt. Neben m-Oxy-o-sulfo-benzaldehyd enthält die Lösung der Natronsalze den in Lösung gebliebenen Theil der Sulfanilsäure und die gebildete Disulfanilsäure. Für die meisten in Betracht kommenden Zwecke kann diese Lösung direct Verwendung finden, ohne dass es nötig ist, den Aldehyd zu isoliren. Zur Trennung des m-Oxy-o-sulfo-benzaldehyds von den beigemengten Sulfosäuren kann man das zur Trockne verdampfte Gemenge der Natronsalze der fraktionirten Krystallisation aus verdünntem (80 proc.) Alkohol unterwerfen.

Das Natronsalz des m-Oxy-sulfo-benzaldehyds ist in Wasser und heissem 80 proc. Alkohol leicht löslich. Bei der Condensation mit aromatischen Aminen und deren Sulfosäuren, z. B. mit Dimethylanilin, mit Methylbenzylanilinsulfosäure u. s. w., erhält man Leukoverbindungen, die bei der Oxydation alkaliechte blaugrüne Farbstoffe geben. Mit Methylbenzylanilin liefert der so hergestellte Aldehyd ein ziemlich schwer lösliches Condensationsproduct. Da auch der daraus erhältliche Farbstoff nahezu unlöslich ist, so ergibt sich, das in dem Aldehyd nur eine Sulfogruppe enthalten ist. Dass diese Sulfogruppe sich in Orthostellung zur Aldehydgruppe befindet, geht daraus hervor, das die mit Hülfe von aromatischen Aminen und deren Sulfosäuren erhaltenen Condensationsverbindungen bei der Oxydation alkaliechte blaugrüne Farbstoffe liefern.

Isatin und Indigoleukoverbindungen der Badischen Anilin- und Soda-fabrik (D.R.P. No. 105 102). Bekanntlich erhält man durch Erhitzen der verschiedenen aromatischen Glycine mit Alkalien und al-

kalischen Erden Leukoverbindungen, welche in Indigo bez. substituirte Indigofarbstoffe überführbar sind. Dieses Erhitzen der Glycine mit Alkalien muss unter Ausschluss von Luft vorgenommen werden, weil sonst die organische Substanz sich oxydiren und verbrennen würde. Es wurde nun gefunden, dass diese Oxydation der organischen Substanz durch Zuführung einer beschränkten Luftmenge zur Schmelze so geleitet werden kann, dass ein Theil der genannten Indoleukoverbindungen zu Isatinen bez. isatinsauren Alkalien oxydiert wird.

Das Gemisch eines aromatischen Glycins mit Ätzalkali mit oder ohne Zusatz von Erdalkali (Pat. 54 626, 56 273, 85 071) wird in lockerer lufthaltiger Form derart erhitzt, dass die in dem Pulver eingeschlossene Luft oxydirend wirken kann. Nach dem Auflösen der Schmelze in Wasser und dem Abscheiden des Indigos werden die Mutterlaugen durch Eindampfen concentrirt, wobei sich die Alkalosalze der Isatinsäuren, u. U. noch mit anderen Salzen vermischt, abscheiden, da sie in Ätzalkalilauge schwer löslich sind. Da die isatinsauren Salze beim Kochen mit starken Alkalien zersetzt sind, so empfiehlt es sich, das Eindampfen bei möglichst niedriger Temperatur vorzunehmen, z. B. im Vacuum. Die isatinsauren Salze können entweder als solche in der beschriebenen Form oder zur Herstellung von Isatin Verwendung finden. Ein Gleiches gilt für die substituirten Isatine.

#### Überführung von Dialphyldiamidoanthrachinonen in Halogenederivate derselben Bad. Fabrik (D.R.P. No. 106 227).

**Patentanspruch:** Verfahren zur Überführung von Dialphyldiamidoanthrachinonen in Halogenederivate mit leicht reactionsfähigen Halogenen, darin bestehend, dass man auf die genannten Dialphyldiamidoanthrachinone Chlor oder Brom in Schwefelkohlenstoff oder anderen indifferenten Lösungsmitteln reagiren lässt, bis keine weitere Einwirkung stattfindet.

#### Chrysaborin von Knoll & C<sup>p</sup>. (D.R.P. No. 105 487).

**Patentanspruch:** Verfahren zur Darstellung eines im Wesentlichen aus Di- und Tetraacetat bestehenden Gemisches niedrig acetylirter Chrysaborinderivate, dadurch gekennzeichnet, dass man Chrysarobin mit Acetylchlorid oder Essigsäureanhydrid ohne Natriumacetat bez. mit Essigsäureanhydrid und Natriumacetat in Gegenwart eines Verdünnungsmittels behandelt.

#### Morpholine von L. Knorr (D.R.P. No. 105 498).

**Patentanspruch:** Die directe Darstellung von Morphinbasen, in welchen der Morphinring an

einen hydrirten cyclischen Atomcomplex angegliedert ist, durch Anwendung des im Patent No. 95 854 geschützten Verfahrens auf Äthanol- $\beta$ -amido-tetrahydro- $\beta$ -naphtol und Äthanolamido-kampher, sowie deren am Stickstoff alkylirte Derivate.

#### Dichininkohlenäsäureester der Vereinigten Chininfabriken Zimmer & C<sup>p</sup>. (D.R.P. No. 105 666).

**Patentanspruch:** Die durch die Patente No. 90 848 und 93 698 geschützten Verfahren zwecks Gewinnung des Dichinin- und des Dicinchonidinkohlenäsäureesters dahin abgeändert, dass man in einem geeigneten Lösungsmittel (Chloroform, Pyridin) 1 Molekul Phosgen auf 4 Moleküle der Base einwirken lässt.

#### Dihydrojonon von J. W. Krauth (D.R.P. No. 105 796).

**Patentansprüche:** 1. Verfahren zur Darstellung von Dihydrojonon und seinen Homologen, bestehend in der Condensation des nach Patent No. 103 658 erhaltenen Aldehyds mit Ketonen der allgemeinen Formel  $\text{CH}_3 \cdot \text{CO} \cdot \text{R}$  in Gegenwart alkalischer Agentien.

2. Eine Ausführungsform des unter 1. gekennzeichneten Verfahrens, darin bestehend, dass gleiche Gewichttheile Aceton und des nach dem Patent No. 103 658 entstehenden Aldehyds in alkoholischer Lösung unter Kühlung mit Natriumäthylat behandelt werden, und das Condensationsproduct nach Neutralisation und Verjagen des Alkohols mit Wasserdämpfen abgetrieben wird.

#### Aromatische Oxyaldehyde von J. R. Geigy & C<sup>p</sup>. (D.R.P. No. 105 798).

**Patentansprüche:** 1. Verfahren zur Darstellung von aromatischen Oxyaldehyden und deren Substitutionsderivaten, darin bestehend, dass man analog dem Verfahren des Patents No. 103 578 bez. dessen Zusatz-Patent No. 105 103, betreffend Darstellung von aromatischen Paraamidoaldehyden,

a) auf ein- oder mehratomige unsubstituirte oder im Kern durch ein Element oder eine Alkyl-, Methoxyl-, Äthoxyl- oder Carboxylgruppe substituirte Phenole der Benzol- und Naphtalinreihe Formaldehyd und irgend eine entweder fertig gebildete oder nascente aromatische Hydroxylaminverbindung, vorzugsweise Sulfosäuren solcher, einwirken lässt;

b) die nach a) neben den freien Oxyaldehyden gebildeten Benzylidenverbindungen der Aldehyde mit Amidosulfosäuren durch Erhitzen mit verdünnten Säuren oder Alkalien zerlegt und die abgespaltenen Aldehyde durch ihre Bleisalze isolirt, oder die genannten Benzylidenverbindungen durch Zusatz von Anilin (Toluidin) in ihre Anilid-(Toluid-)verbindungen überführt und letztere durch Erhitzen mit Alkalien oder Natriumbisulfit wieder in Amin und Aldehyd zerlegt.

2. Als Ausführungsformen des durch Anspruch 1 geschützten Verfahrens die Darstellung von: p-Oxybenzaldehyd, m-Chlor-p-oxybenzaldehyd,

m-Brom-p-oxybenzaldehyd, m-Jod-p-oxybenzaldehyd, (a-)o-Oxy-m-tolylaldehyd, p-Oxy-o-tolylaldehyd, p-Oxy-m-tolylaldehyd, p-Thymotinaldehyd,  $\alpha$ -Naphtholaldehyd,  $\beta$ -Naphtholaldehyd, Protocatechualdehyd, Vanillin, Resorcytaldehyd, o-Methoxyl-p-oxybenzaldehyd, Orcylaldehyd, Gentisinaldehyd, (a-)m-Aldehydosalicysäure aus Phenol, o-Chlorophenol, o-Bromphenol, o-Jodphenol, p-Kresol, m-Kresol, o-Kresol, Thymol,  $\alpha$ -Naphtol,  $\beta$ -Naphtol, Brenzcatechin, Guajacol, Resorcin, Resorcinmonomethyläther, Orcin, Hydrochinon, Salicylsäure.

**Indoxylcarbonsäureester der Farbwerke vorm. Meister Lucius & Brüning** (D.R.P. No. 105 495).

**Patentansprüche:** 1. Verfahren zur Darstellung von Indoxylcarbonsäureestern, dadurch gekennzeichnet, dass man metallisches Natrium oder ein Natriumalkoholat auf die neutralen Ester der Phenylglycin-o-carbonsäure einwirken lässt.

2. Die besondere Ausführung des durch Anspruch 1 gekennzeichneten Verfahrens unter Anwendung des Phenylglycin-o-carbonsäurediäthylesters und des Phenylglycin-o-carbonsäuredimethylesters.

**Oxyanthrachinon derselben Farbwerke** (D.R.P. No. 106 505).

**Patentansprüche:** 1. Verfahren zur Darstellung von Oxyanthrachinonen und Oxyanthrachinonsulfosäuren unter Vermeidung der gleichzeitigen Entstehung von höher hydroxylirten Anthrachinonderivaten, darin bestehend, dass man Lösungen der Alkali- oder Erdalkalisalze von Anthrachinonsulfosäuren bez. Oxyanthrachinonsulfosäuren mit den Hydroxyden der alkalischen Erden unter Druck erhitzt.

2. Die besondere Ausführungsform des in Anspruch 1 geschützten Verfahrens unter Anwendung von Anthrachinon-m-sulfosäure und  $\alpha$ - und  $\beta$ -Anthrachinondisulfosäure.

**Secundäre Amine der aliphatischen Reihe von W. Marckwald und A.v.Droste-Hülshoff** (D.R.P. No. 105 870).

**Patentanspruch:** Verfahren zur Darstellung secundärer Amine der aliphatischen Reihe, darin bestehend, dass man die durch Umsetzung der Sulfamide bei Gegenwart von Alkali mit 2 Mol. Monohalogenalkyl entstehenden dialkylierten Sulfamide durch Erwärmen mit Chlorsulfosäure spaltet und das Amin durch Wirkung der Alkalien oder deren Ersatzmittel in Freiheit setzt.

**Cellulosetetraacetat von Gr. Henckel - Donnersmarck** (D.R.P. No. 105 347).

**Patentanspruch:** Verfahren zur Herstellung von Cellulosetetraacetat nach Pat. No. 85 329 und 86 368, dadurch gekennzeichnet, dass Lösungsmittel, wie Nitrobenzol und seine Homologen, nach Einleitung der Reaction in zunächst kleinen Anteilen, deren Grösse mit dem Fortschreiten der Reaction wächst, zu der Acetylierungsmischung zugesetzt werden.

## Farbstoffe.

**Blauer Farbstoff der Naphtalinreihe nach Badische Anilin- und Soda-fabrik** (D.R.P. No. 106 029).

**Patentanspruch:** Verfahren zur Darstellung eines blauen Farbstoffs der Naphtalinreihe, darin bestehend, dass die durch Behandlung des bei der Naphtazarindarstellung entstehenden wasserlöslichen Zwischenproducts mit Reductionsmitteln gemäss Patent 101 371 dargestellte Leukoverbindung mit rauchender Schwefelsäure behandelt wird.

**Sulfosäure des Naphtazarins derselben Bad. Fabrik** (D.R.P. No. 106 033).

**Patentanspruch:** Verfahren zur Darstellung einer Sulfosäure des Naphtazarins, darin bestehend, dass man den gemäss dem Verfahren des Patentes 106 029 dargestellten, leicht in Wasser löslichen blauen Farbstoff mit Mineralsäuren in wässriger Lösung erwärmt.

**Schwarzer Baumwollfarbstoff von Dahl & Cp.** (D.R.P. No. 106 039).

**Patentanspruch:** Verfahren zur Darstellung eines schwarzen schwefelhaltigen Baumwollfarbstoffes durch Erhitzen von Polynitrodiphenylamin-sulfosäure (erhalten durch Nitrieren von 10 Th. Dinitrodiphenylamin-m-sulfosäure mit etwa 40 Th. Wasser und 5 bis 8 Th. Salpetersäure von 44° B. bei 90 bis 95°) mit Schwefel und Schwefelalkali auf 150 bis 180°.

**Gelber Farbstoff der Stilbenreihe von J.R. Geigy & Cp.** (D.R.P. No. 106 230).

**Patentanspruch:** Verfahren zur Darstellung gelber Farbstoffe, darin bestehend, dass die zu folge Patent 101 760 erhaltenen Condensationsprodukte aus p-Dinitrobenzyl-disulfosäure und einer der folgenden Verbindungen: Anilin, Toluidin, Xyldin, Cumidin, m-Nitranilin, m-Sulfanilsäure, p-Sulfanilsäure mit in alkalischer Lösung wirkenden Oxydationsmitteln, wie Hypochlorite, Hypobromite, Persulfate, behandelt werden.

**Säurefarbstoffe von M. Prudhomme** (D.R.P. No. 105 862).

**Patentanspruch:** 1. Verfahren zur Darstellung von Säurefarbstoffen, darin bestehend, dass man basische Farbstoffe mit primären Amidogruppen mit Formaldehyd und schwefliger Säure in wässriger Lösung behandelt.

2. Ausführungsform des Verfahrens nach Anspruch 1, gemäss welcher als basische Farbstoffe mit primären Amidogruppen Fuchsin, Safranin oder Phosphin angewendet werden.

**Diamidoxyanthrachinon der Farbenfabriken vorm. Fr. Bayer & Co.** (D.R.P. No. 106 034).

**Patentanspruch:** Verfahren zur Darstellung von Diamidoxyanthrachinonen bez. deren Sulfo-säuren, darin bestehend, dass man 1.5-Diamidoanthrachinon bez. dessen Sulfo-säuren mit oxydirenden Mitteln behandelt.