

Wasser bleibt ein Theil des Natriumsuperoxyds unzersetzt, welches, wenn das Präparat in Wasser suspendirt verwendet werden soll, eine sofort beginnende Zersetzung bewirken würde.

Bei Berührung mit organischen Körpern wirkt die erhaltene Superoxydverbindung ausserordentlich antiseptisch.

Zur Vorbereitung thonerdehaltiger Mineralien für die Aufschliessung mittels Schwefelsäure werden dieselben nach E. Raynaud (D.R.P. No. 107 502) mit Schwefelverbindungen der Alkalien oder Erdalkalien oder mit einem gleichwerthigen Gemisch von schwefelsauren Alkalien oder Erdalkalien und Kohle in zur Aluminatbildung ungenügenden Mengen erhitzt. Das zerkleinerte Mineral wird nach Mischung mit 30 Proc. Schwefelnatrium oder einem gleichwerthigen Gemisch von schwefelsaurem Natrium und Kohle in einem Flammenofen bei dunkler Rothglut erhitzt. Nach einer ungefähr 2 Stunden dauernden Erhitzung bei dunkler Rothglut wird eine Masse abgeschieden, welche die alkalischen Salze hauptsächlich in Form von Sulfiden enthält, wenn Schwefelnatrium angewendet wurde, bei Anwendung einer äquivalenten Mischung von schwefelsaurem Salz und Kohle jedoch in Form eines Sulfids und eines schwefelsauren Salzes. Ausserdem finden sich noch Chloridverbindungen vor, wenn man diese als Flussmittel hinzugefügt hat. Lösliche Thonerde ist dann nur in geringen Mengen vorhanden. Nachdem die Masse aus dem Ofen entfernt ist, wird sie mit Wasser behandelt, um durch Auslaugen sämtliche Alkalosalze zu extrahiren, so dass sie nach Verdampfen der Lösungen zur Trockne für die Erneuerung des Proesses nutzbar gemacht werden können. Der Rückstand aus diesem Auslaugeverfahren, welcher sämtliche Thonerde der Mineralien mit allen fremden Beimischungen, wie Eisen, Silicium u. s. w., enthält, wird der Einwirkung von Schwefeldioxyd ausgesetzt, was in verschiedener Weise ausgeführt werden kann. Hierzu wird die Masse in Wasser suspendirt. Die Thonerde löst sich in Form von schwefelsaurem Salz. Nach einiger Zeit trennt man die Flüssigkeit von dem unlöslichen, die Unreinigkeiten enthaltenden Rückstand. Die Flüssigkeit wird dann erhitzt, wodurch Schwefeldioxyd frei wird und sich ein Niederschlag von basischem Aluminiumsalz bildet, den man von der Flüssigkeit trennt. Hierauf sammelt man diesen Niederschlag, trocknet und erhitzt ihn mässig, wodurch reine Thonerde als Rückstand erhalten, während Schwefeldioxyd frei wird, welches man mit den

Sulfitlösungen sammeln und zur Einwirkung auf die Rückstände oder in anderer Weise verwenden kann.

### Organische Verbindungen.

**Amidobenzylalphylamin der Farbwerke vorm. Meister Lucius & Brüning** (D.R.P. No. 106 497).

**Patentansprüche:** 1. Verfahren zur Darstellung von in der CH<sub>2</sub>-Gruppe substituierten Amidobenzylalphylaminen und Homologen, darin bestehend, dass man die Anhydroverbindungen von aromatischen Aldehyden und primären Basen mit aromatischen primären Aminen mit freier p-Stellung bei Gegenwart von Salzen dieser Amine in der Kälte kondensirt.

2. Als besondere Ausführungsformen vorstehenden Verfahrens die Anwendung von Benzaldehyd und den drei Nitrobenzaldehyden und Anilin oder o-Toluidin.

**Nitrobenzaldoxim von derselben Farbwerke** (D.R.P. No. 107 095).

**Patentanspruch:** Verfahren zur Darstellung von o- und p-Nitrobenzaldoxim und deren Homologen, darin bestehend, dass o- bez. p-Nitrotoluol oder deren Homologe, bei denen in o- oder p-Stellung zur Nitrogruppe ein Methyl sich befindet, mit Natriumalkoholat und Salpetrigsäureester behandelt werden.

**Diphenylaminderivate von H. R. Vidal.** (D.R.P. No. 106 823).

**Patentanspruch:** Verfahren zur Darstellung von Diphenylaminderivaten, darin bestehend, dass man Phospham bei 200 bis 250° einwirken lässt auf Dioxyverbindungen bez. Gemische von solchen mit Oxyverbindungen des Benzols, Diphenylamins oder Thiophenylamins, und zwar speciell auf: Hydrochinon, p-Dioxydiphenylamin, p-Dioxythiodiphenylamin oder auf ein Gemisch von p-Dioxythiodiphenylamin + p-Amidoxythiodiphenylamin, p-Dioxythiodiphenylamin und Hydrochinon, p-Dioxythiodiphenylamin + p-Amidophenol, p-Amidoxythiodiphenylamin und Hydrochinon.

**Wasserlösliche Theerpräparate.** Nach Knoll & C. (D.R.P. No. 106 500) behandelt man Holztheer mit concentrirter Schwefelsäure, befreit das Reactionsproduct von Schwefelsäure und neutralisiert mit Alkali.

Es wird z. B. 1 Th. Holztheer mit 1½ Th. concentrirter Schwefelsäure unter Umrühren so langsam versetzt, dass die Temperatur 100° nicht wesentlich überschreitet; man hält die Masse etwa 1½ Stunde auf dieser Temperatur und trägt sie alsdann unter Röhren in Wasser ein, wobei sich das Reactionsproduct pulverförmig ausscheidet. Man wiederholt das Waschen mit Wasser 2 bis 3 Mal. Das Einwirkungsproduct der con-

centrirten Schwefelsäure auf den Holztheer ist in Wasser unlöslich. Löst man nun das Einwirkungsproduct in verdünnter Natronlauge auf, so kann man eine fast neutrale Lösung herstellen. Diese wässerige neutrale Lösung hat einen nur schwachen Geruch, welcher kaum an Theer erinnert. Beim Eindampfen der Lösung erhält man eine leicht pulverisbare, nicht hygroskopische Substanz, welche im Mittel einen Schwefelgehalt von 4,3 Proc. besitzt.

**Monojodthymol.** Nach Kalle & Cp. (D.R.P. No. 107 509) werden 75 k Thymol in 60 k Natronlauge (40° B.) und 10 hl Wasser gelöst. Zu dieser Lösung lässt man unter Röhren eine solche von 127 k Jod und 127 k Jodkalium in 4 hl Wasser einfließen. Man kühlte hiernach die etwas warm gewordene Reactionsmasse ab, macht durch Zusatz von verdünnter Schwefelsäure schwach sauer und filtrirt das abgeschiedene Product von der Mutterlauge ab. Durch Umkristallisiren aus Ligroin erhält man das Monojodthymol vom Schmelzpunkt 68 bis 69°.

Zu einer Lösung von 127 k Jod in 600 k Natronlauge und 20 hl Wasser lässt man 75 k Thymol zufüllen. Beim Ansäuern dieser Lösung fällt das Monojodthymol aus und wird auf die gleiche Weise wie beim 1. Beispiel isolirt.

Zur Darstellung von Triacetyllderivaten der Oxyhydrochinone werden nach Angabe der Farbenfabriken vorm. Friedr. Bayer & Cp. (D.R.P. No. 107 509) 10 k Benzochinon mit 30 bis 40 k Essigsäureanhydrid, in dem 0,5 k krystallinische Phosphorsäure gelöst worden ist, übergossen und bei gewöhnlicher Temperatur stehen gelassen. Ohne dass eine sichtbare Reaction eintritt, verschwindet das Chinon allmählich und ist nach einigen Tagen völlig in Lösung gegangen. Die Masse wird nun in Wasser eingetragen, wobei sich das Triacetat des Oxyhydrochinons als allmählich erstarrendes Öl ausscheidet. Die Reinigung desselben geschieht in derselben Weise, wie in Pat. 101 607 angegeben, durch Umkristallisiren aus Äthyl- oder besser Methylalkohol. In analoger Weise verläuft die Reaction, wenn an Stelle von Benzochinon dessen Homologen, z. B. Toluchinon, oder  $\alpha$ - oder  $\beta$ -Naphtochinon verwendet werden.

Zur Herstellung antiseptisch wirkender Jodzimmtsäure-m-kresolester werden nach Kalle & Cp. (D.R.P. No. 105 242) 27,4 k p-Jodzimmtsäure und 10,8 k m-Kresol in 100 l Benzol oder einer anderen

passenden Flüssigkeit suspendirt bez. gelöst und dazu 8,5 k Phosphoroxychlorid gegeben. Das Gemisch wird etwa 20 Stunden auf dem Wasserbade am Rückflusskühler erhitzt und nach dem Erkalten von etwas unangegriffener Jodzimmtsäure abfiltrirt. Man wäscht das Filtrat mit Sodalösung und verdünnter Natronlauge, trocknet und destillirt das Benzol ab. Der Rückstand erstarrt beim Erkalten und schmilzt, aus Methylalkohol umkristallisiert, bei 85 bis 86°.

Der in analoger Weise dargestellte o-Jodzimmtsäure-m-kresolester krystallisiert aus Alkohol in breiten Nadeln, die bei 74° schmelzen. Die neue Verbindung ist in Wasser unlöslich, in Ligroin schwer, in Aceton, Äther und Benzol leicht löslich.

Der m-Jodzimmtsäure-m-kresolesterkrystallisiert aus Alkohol in Prismen vom Schmelzpunkt 40 bis 41°, ist in Wasser unlöslich, in Ligroin und Alkohol leicht und in Äther, Aceton oder Benzol sehr leicht löslich.

**Zimmtsäureester für Wundbehandlung nach Kalle & Cp. (D.R.P. No. 106 506).** Zur Herstellung von Cinnamyl-trijod-m-kresol werden 14,8 k Zimmtsäure, 48,6 k Triiod-m-kresol und 8,5 k Phosphoroxychlorid in 100 l Benzol gelöst und 30 Stunden in gelindem Sieden gehalten. Es entweichen Ströme von Salzsäuregas. Nach dem Erkalten wird von etwas Harz abgegossen, mit 300 l Benzol verdünnt und mit verdünnter Sodalösung ausgeschüttelt. Die so behandelte Benzollösung wird getrocknet und das Benzol abdestilliert. Der beim Erkalten feste Rückstand wird z. B. durch Ausziehen mit Ligroin oder Lösen in Aceton und Fällen mit Wasser oder Krystallisiren aus Eisessig gereinigt. Der neue Ester schmilzt bei 135 bis 136°; er ist leicht löslich in Aceton, Chloroform und Benzol, schwer in Alkohol, Eisessig und Ligroin.

Für Cinnamyl-p-chlor-m-kresol werden 14,8 k Zimmtsäure, 14,25 k p-Chlor-m-kresol, 8,5 k Phosphoroxychlorid und 100 l Benzol 10 Stunden auf dem Wasserbade am Rückflusskühler gekocht. Die von etwas Harz abgegossene Benzollösung wird mit Sodalösung und Natronlauge ausgeschüttelt, mit Chlorcalcium getrocknet und das Benzol abdestilliert. Der Rückstand, einmal aus Methylalkohol umkristallisiert, ergibt den reinen Ester, der bei 93 bis 94° schmilzt; er ist sehr leicht löslich in Äther und Benzol, leicht in Aceton, schwer in Alkohol und Methylalkohol; aus letzteren krystallisiert er in Drusen, die aus flachen Prismen bestehen.