

geht und eine glatte Trennung erzielt wird. Allerdings ist dieser Weg zeitraubender; er führt aber zu zufriedenstellenden Resultaten.

Von den zur Bestimmung der WO_3 vorgeschlagenen volumetrischen Methoden habe ich diejenige von v. d. Pfordten (Wagner's Jahresber. 1883, S. 433), welche auf Reduction mit Zink in salzsaurer Lösung und Titration mit Permanganat beruht, versucht, konnte aber hierdurch nicht zufriedenstellende Resultate erlangen. Dahingegen kann man die mit Wasser aufgeschlämme Wolframsäure bei Gegenwart von Kieselsäure mit n-NaOH-Lösung titriren, wobei die WO_3 in Lösung geht; der Endpunkt der Lösung wird auch genau angezeigt, wenn man Phenolphthalein als Indicator benutzt. Man befreit zu diesem Zwecke die $WO_3 + SiO_2$ auf dem Filter von der freien HNO_3 durch Waschen mit einer 5- bis 10-proc. Kalisalpeterlösung (Waschen mit Wasser würde leicht trübes Durchlaufen bewirken), bis das Filtrat neutral reagirt, dann durchsticht man das Filter und spritzt den Niederschlag mit heissem Wasser in einen Erlenmeyer-Kolben, verdünnt mit Wasser zu etwa 200 ccm, erhitzt zum Sieden, fügt den oben genannten Indicator hinzu und titriert bis zur deutlichen Rothfärbung. Wenn man das Atomgewicht des Wolframs zu 184 annimmt, so entspricht

$$1 \text{ ccm n-NaOH} = 0,116 \text{ } WO_3 = 0,092 \text{ W.}$$

Zum Schluss möchte ich noch erwähnen, dass es Herrn Mc K. so leicht gelingt, eine Wolfram-Chrom-Eisen-Legirung mit Säuren aufzuschliessen; mir ist dieses bei Chromlegirungen nie geglückt; ich habe immer zur vollständigen Aufschliessung eine Schmelzung mit Natriumkaliumcarbonat und Magnesia vor-

nehmen müssen. — Was dann noch die volumetrische Chrombestimmung anbetrifft, welche McKenna erwähnt, so ist dieselbe schon ausführlich in Ledebur's Leitfaden für Eisenhüttenlaboratorien 1895, S. 36 beschrieben.

Es sollte mich freuen, wenn ich durch diese Zeilen die Anregung geben würde, die „Einwirkung der Fluorwasserstoffsäure auf Wolframsäure bei Gegenwart von Kieselsäure“ näher zu studiren.

Ueber die Behandlung nicht rein schmeckender Speiseöle und Fette mit Natronlauge.

Von P. Huth, Wörmlitz.

In den „Mittl. des k. k. Technolog. Gew. Mus.“ ist ein Verfahren veröffentlicht, mittels kohlensaurem Kalk die Öle im Geschmack zu verbessern und dabei wird gleichzeitig erwähnt, dass Behandlung mit Natronlauge unklärbare Emulsionen ergeben habe. Schon vor einer langen Reihe von Jahren habe ich in dieser Richtung Versuche — damals speciell mit Cocosöl — gemacht und diese Emulsionen verhältnissmässig einfach und billig dadurch vermieden, dass ich die Natronlauge mit einer concentrirten Kochsalzlösung mischte. Dabei verseifen sich nur die sauren Theile des Öles und scheiden sich als flockige resp. zusammengeballte Seife ab, während die weitere Emulsion des Fettes resp. Öles durch das vorhandene Kochsalz vermieden wird und durch Waschen und Kochen mit dünner Kochsalzlösung das Neutralfett noch völlig klar erhalten werden kann.

Patentbericht.

Klasse 12: Chemische Verfahren und Apparate.

Activirung von elektrolytisch gewonnenem Sauerstoff. (No. 117 129. Vom 20. April 1899 ab. C. F. Boehringer & Söhne in Waldhof bei Mannheim.)

Die Verwendung von elektrolytisch gewonnenem Sauerstoff zu Oxydationen ist bis jetzt eine beschränkte geblieben, da mit demselben in den meisten Fällen nicht die gleich glatten Oxydationen ausgeführt werden können, wie mit dem durch chemische Umsetzung gewonnenen, in statu nascendi wirkenden Sauerstoff. Die Erfinder setzen nun den elektrolytisch gewonnenen Sauerstoff in chemisch wirksamen um, und zwar haben sich hierzu die Mangansalze in hervorragender Weise als geeignet erwiesen, da sie befähigt sind, den durch Elektrolyse frei werdenden Sauerstoff voll-

kommen zu binden unter Bildung von Mangan-sauerstoffsäuren, wie Mangansäure und Übermangansäure, welche ihren Sauerstoff sehr leicht an andere, der Oxydation zugängliche Körper abgeben. Es ist nur nöthig, dem Anodenelektrolyten ein Mangansalz bei Gegenwart einer Sauerstoffsäure — am besten einer stark dissociirenden — zuzusetzen; das Mangansalz wird durch den elektrolytischen Sauerstoff oxydiert, die entstehende Übermangansäure giebt sofort ihren Sauerstoff unter Reduction zur niederen Oxydationsstufe des Mangans an den zu oxydirenden, im Anodenraum befindlichen Körper ab, während nun das niedere Oxyd wieder von Neuem befähigt ist, elektrolytischen Sauerstoff aufzunehmen und als chemisch wirksamen abzugeben und so fort, so dass man im Stande ist, mit geringen Mengen eines Mangansalzes unbegrenzte Mengen elektrolytisch dargestellten Sauerstoffes chemisch wirksam zu machen.

Patentanspruch: Verfahren zur Umwandlung von elektrolytisch gewonnenem Sauerstoff in chemisch wirksamen, darin bestehend, dass man dem Anodenelektrolyten neben der zu oxydierenden Substanz bei Gegenwart einer Sauerstoffsäure Manganalze zufügt, welche durch ihre Fähigkeit, den durch Elektrolyse erzeugten Sauerstoff intermediär zu binden und in der Form von chemisch reaktionfähigem wieder abzugeben, als Sauerstoffüberträger functioniren, so dass die elektrolytische und chemische Oxydation gleichzeitig und neben einander verläuft.

Darstellung der neutralen Ester der Acetylphenylglycin-o-carbonsäure. (No. 117 059. Vom 22. Juni 1899 ab. Farbenfabriken vorm. Friedr. Bayer & Co. in Elberfeld.)

Wenn man die neutralen Ester der Phenylglycin-o-carbonsäure mit acetylirenden Mitteln, wie Acetylchlorid oder Essigsäureanhydrid, behandelt, so bilden sich in glatter Weise die Acetylverbindungen der neutralen Ester. Dieselben haben sich in Folge ihrer, durch Eintritt der Acetylgruppe hervorgerufenen aussergewöhnlichen Reaktionsfähigkeit als sehr werthvoll für die Indigodarstellung erwiesen.

Patentanspruch: Verfahren zur Darstellung der neutralen Ester der Acetylphenylglycin-o-carbonsäure, darin bestehend, dass man die neutralen Ester der Phenylglycin-o-carbonsäure mit acetylirenden Mitteln, wie Acetylchlorid oder Essigsäureanhydrid, behandelt.

Darstellung des $\alpha_1\alpha_2$ -Nitronaphthylamins und seiner Alkylderivate aus $\alpha_1\alpha_2$ -Nitrochloronaphthalin. (No. 117 006. Vom 9. Februar 1900 ab. Chemische Fabrik Griesheim-Elektron in Frankfurt a. M.)

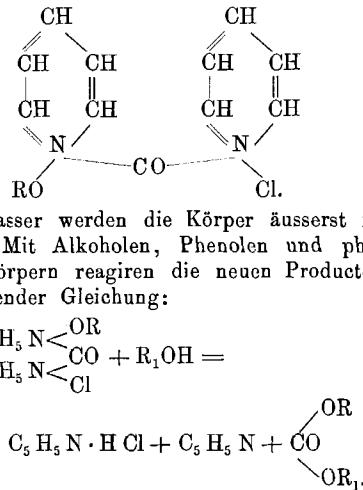
Das Verfahren bezweckt die Darstellung von $\alpha_1\alpha_2$ -Amido- und $\alpha_1\alpha_2$ -Alkylamidonitronaphthalin aus $\alpha_1\alpha_2$ -Chlornitronaphthalin und beruht auf der Beobachtung, dass sich das Chloratom im $\alpha_1\alpha_2$ -Chlornitronaphthalin durch die Amido- und Alkylamidogruppe ersetzen lässt. Die Umsetzung wird zweckmässig durch Erhitzen von $\alpha_1\alpha_2$ -Chlornitronaphthalin mit Ammoniak oder den betreffenden Alkylaminen unter Druck im Autoclaven ausgeführt, wenn das blosse Kochen nicht ausreicht oder zu lange Zeit in Anspruch nimmt.

Patentanspruch: Verfahren zur Darstellung von $\alpha_1\alpha_2$ -Amidonitronaphthalin bez. $\alpha_1\alpha_2$ -Alkylamidonitronaphthalin, dadurch gekennzeichnet, dass man im $\alpha_1\alpha_2$ -Chlornitronaphthalin das Chloratom durch die Amido- bez. Alkylamidogruppe ersetzt.

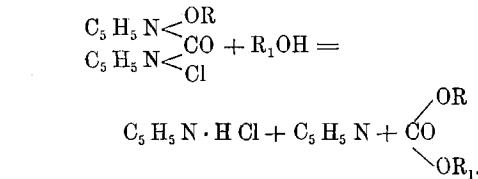
Darstellung chlorhaltiger Derivate von Basen der Pyridinreihe. (No. 116 386. Zusatz zum Patente 109 933¹⁾ vom 27. Mai 1898. Chemische Fabrik von Heyden, A.-G. in Badebeul b. Dresden.)

In dem Hauptpatent wurde die Darstellung von chlorhaltigen Derivaten der Pyridinreihe durch Einwirkung von Kohlenoxychlorid etc. auf Pyridin und seine Homologen beschrieben. Es wurde nun

gefunden, dass sehr reaktionsfähige Körper von ähnlicher Zusammensetzung entstehen, wenn man statt Kohlenoxychlorid aliphatische oder aromatische Chlorameisensäureester mit Pyridin und seinen Homologen zur Reaction bringt. Nach ihrem Verhalten und den Analysenergebnissen kommt diesen neuen Körpern (bei Verwendung von Pyridin) die folgende allgemeine Formel zu:



Durch Wasser werden die Körper äusserst rasch zersetzt. Mit Alkoholen, Phenolen und phenolartigen Körpern reagiren die neuen Produkte gemäss folgender Gleichung:



Zur Darstellung der neuen Körper verfährt man am besten in der Weise, dass man eine Lösung von 2 Molekülen der Base in einem indifferenten Lösungsmittel mit einer Lösung von 1 Molekül des betreffenden Esters mischt. Die neuen Produkte sollen zur Darstellung neutraler Kohlensäureester Verwendung finden.

Patentanspruch: Verfahren zur Darstellung chlorhaltiger Derivate von Basen der Pyridinreihe gemäss Patent 109 933, darin bestehend, dass man diese Basen mit Chlorameisensäureestern in Reaction bringt.

Klasse 22: Farbstoffe, Firnisse, Lacke, Anstriche, Klebemittel.

Darstellung von Triphenylmethanfarbstoffen. (No. 116 352; Zusatz zum Patent 106 721¹⁾. Vom 1. September 1898 ab. The Vidal Fixed Aniline Dyes Limited und Louis Haas in Paris.)

In der Patentschrift 106 721 wurde ein Verfahren beschrieben, nach welchem Triphenylmethan- bez. Diphenylmethanfarbstoffe durch Condensation von alkylirten Diamidobenzhydrolen mit Hydrazinen der Benzol- bez. Naphthalinreihe in concentrirter Schwefelsäure ohne nachfolgende Oxydation erhalten werden können. Es wurde nun weiter gefunden, dass sich in gleicher Weise auch andere Hydrazine mit alkylirten Diamidobenzhydrolen zu Farbstoffen condensiren lassen, wobei neben violetten auch grünlich-gelbe Farbbasen entstehen.

Patentanspruch: Neuerung in dem durch das Hauptpatent 106 721 geschützten Verfahren, darin bestehend, dass man an Stelle der dort angeführten Hydrazine solche aus o-Toluidin, o-Toluidinsulfosäure 1, 2 4 und 1, 2, 5 ($\text{CH}_3 \cdot \text{NH} \cdot \text{NH}_2 \cdot \text{SO}_3\text{H}$)

¹⁾ Zeitschr. angew. Chemie 1900, 328.

1) Zeitschr. angew. Chemie 1899, 1160.

$= 1 : 2 : 4$ bez. $1 : 2 : 5$), p-Toluidinsulfosäure 1, 4, 2 und 1, 4, 3 ($\text{CH}_3 : \text{NH} \cdot \text{NH}_2 \cdot \text{SO}_3 \text{H} = 1 : 4 : 2$ bez. $1 : 4 : 3$) und p-Chloranilin mit Tetramethyl- bez. Tetraäthylamidobenzhydrol condensirt.

Darstellung von Triphenylmethanfarbstoffen. (No. 116 566; Zusatz zum Patente 106 721¹⁾. Vom 1. September 1898 ab. The Vidal Fixed Aniline Dyes Limited und Louis Haas in Paris.)

Das Verfahren des Hauptpatentes 106 721 wird dahin abgeändert, dass man an Stelle der alkylierten Diamidobenzhydrole hier gleiche Moleküle von Diamidobenzhydrol selbst mit Phenylhydrazin, o-Tolylhydrazin, α -Methyl- oder α -Aethylphenylhydrazin, 1.2.5-o-Tolylhydrazinsulfosäure oder endlich 1.2.4-o-Tolylhydrazinsulfosäure zu fuchsinähnlichen Farbstoffen condensirt. Die Farbstoffe färben thierische Fasern im sauren Bade blaustichig roth.

Patentanspruch: Neuerung in dem durch das Hauptpatent 106 721 geschützten und in dem Patent 116 352 weiter ausgebildeten Verfahren, darin bestehend, dass man an Stelle der dort angeführten Alkyldiamidobenzhydrole hier Diamidobenzhydrol mit den Hydrazinen aus: Anilin, Monomethylanilin und Monoäthylanilin, o-Toluidin, o-Toluidinsulfosäuren 1.2.4 und 1.2.5 ($\text{CH}_3 : \text{NH} \cdot \text{NH}_2 = 1 : 2$) condensirt.

Darstellung eines schwarzen substantiven Baumwollfarbstoffs. (No. 115 003; Zusatz zum Patente 108 496²⁾. Vom 18. März 1898 ab. Deutsche Vidal-Farbstoff-Aktiengesellschaft in Coblenz.)

Wird der nach dem Verfahren des Patentes 109 736 durch Erhitzen von Sulfanilsäure mit p-Amidophenol auf 250° erhältliche blauschwarze Farbstoff der Einwirkung von Schwefel und Ätznatron ausgesetzt, so wird er in einen schwarzen Farbstoff übergeführt, welcher seif- und lichtechter ist, als das in der Patentschrift 108 496 beschriebene Product.

Patentanspruch: Weitere Ausbildung des durch Patent 108 496 geschützten Verfahrens, dadurch gekennzeichnet, dass statt des dort verwandten Farbstoffs des Patentes 104 105 hier der gemäss Patent 109 736 aus gleichen Molekülen Sulfanilsäure und p-Amidophenol bei etwa 250° entstehende blauschwarze Farbstoff mit Schwefel und Natronlauge auf 170° erhitzt wird.

Darstellung eines schwarzen Baumwollfarbstoffs. (No. 117 188. Vom 21. Januar 1898 ab. Farbwerke vorm. Meister Lucius & Brüning in Höchst a. M.)

Wird 1, 8-Dinitronaphthalin mit 2 Mol. Natriumdisulfid behandelt, so erhält man eine rothe Lösung, die an sich schon die Baumwolle färbt; die damit erzeugten Färbungen sind jedoch unecht gegen Luft und Licht. Ein Farbstoff von hervorragenden Echtheitseigenschaften wird dagegen aus dieser Lösung abgeschieden, wenn sie mit Salmiak versetzt und zum Kochen erhitzt wird. Der Farb-

stoff färbt, in verdünnter Schwefelnatriumlösung gelöst, Baumwolle in tiefschwarzen, sehr luft-, licht- und walkechten Tönen.

Patentanspruch: Verfahren zur Darstellung eines schwarzen Baumwollfarbstoffs, darin bestehend, dass man 1, 8-Dinitronaphthalin mit 2 Mol. Natriumdisulfid reducirt und die erhaltene rothe Lösung durch Kochen mit Salmiak in den Farbstoff überführt.

Darstellung eines directen blauen Baumwollfarbstoffes. (No. 116 337. Vom 1. Juni 1899 ab. Deutsche Vidal-Farbstoff-Aktiengesellschaft in Coblenz.)

In dem französischen Patente 231 188 ist ein Verfahren zur Darstellung schwarzer Farbstoffe beschrieben, welches darin besteht, dass man die substituierten Diphenylamine mit Schwefel und Schwefelnatrium behandelt. Ein eingehenderes Studium dieser Farbstoffe hat indessen zur Auffindung von Zwischenfarbstoffen geführt, unter denen besonders der aus dem Amidoxydiphenylamin abgeleitete Farbstoff vorzüglich echt gegen Säuren und Licht ist. Der durch achtständiges Erhitzen des Amidoxydiphenylamins mit Schwefel und Schwefelnatrium erhaltene Farbstoff war schwarz; durch Verkürzung der Dauer des Verfahrens werden indess neue Erzeugnisse erhalten, wenn man nämlich 220 kg Amidoxydiphenylamin, 64 kg Schwefel und 300 kg Schwefelnatrium 3 Std. auf 160° und kurze Zeit auf 180° erhitzt. Der erhaltene Farbstoff färbt ungebeizte Baumwolle in schönen Indigonüancen. Das p-Amidoxydiphenylamin wird durch Erhitzen von 15 kg salzaurem p-Amidophenol und 5,5 kg p-Phenylendiamin auf 160—180° während 3 Std. erhalten; es schmilzt bei 145—148°.

Patentanspruch: Verfahren zur Darstellung eines indigoblauen, die Baumwolle direct färbenden Farbstoffs, darin bestehend, dass das durch Erhitzen von salzaurem p-Amidophenol mit p-Phenylendiamin erhältliche Amidoxydiphenylamin mit Schwefelnatrium und Schwefel bei einer Temperatur von 160—180° während 3 Stunden erhitzt wird.

Darstellung eines Baumwollfarbstoffs. (No. 116 417; Zusatz zum Patente 114 267¹⁾). Vom 7. December 1899 ab. Farbwerke vorm. Meister Lucius & Brüning in Höchst a. M.)

In der Patentschrift 114 267 ist mitgetheilt, dass man durch Verschmelzen des Naphtazarinzwischenproducts mit Alkalisulfid in Gegenwart von Chlorzink einen graublauen bis blauvioletten Farbstoff erhält. Weiter wurde gefunden, dass an Stelle des Naphtazarinzwischenproducts auch dessen Oxydationsproduct, das in dem Patente 101 372²⁾ beschrieben wurde, verwendet werden kann. Der aus 60 Th. Oxydationsproduct, 300 Th. Schwefelnatrium, 60 Th. Schwefel und 30 Th. Chlorzinklauge von 40° Bé. bei 160—170° (8 Stunden) erhaltene Farbstoff färbt Baumwolle blauviolet und die Färbung geht bei der Nachbehandlung

¹⁾ Zeitschr. angew. Chem. 1899, 1160.

²⁾ Zeitschr. angew. Chemie 1900, 73.

¹⁾ Zeitschr. angew. Chem. 1900, 1163

²⁾ Zeitschr. angew. Chem. 1899, 41.

mit Metallsalzen in Schwarz über. Es ist anzunehmen, da dieser Farbstoff mit dem des Patentes 114 267 identisch ist.

Patentspruch: Abänderung des Verfahrens des Patentes 114 267 zur Darstellung eines Baumwollfarbstoffes, darin bestehend, dass man an Stelle des Naphtazarinzwischenproducts dessen Oxydationsproduct der Einwirkung von Schwefelalkalien in Gegenwart von Chlorzink unterwirft.

Darstellung schwarzer substantiver Baumwollfarbstoffe. (No. 114 270; Zusatz zum Patente 112 298¹⁾ vom 28. November 1899 ab. Badische Anilin- und Soda-Fabrik in Ludwigshafen a. Rh.)

Patentspruch: Neuerung in dem Verfahren des Patentes 112 298, darin bestehend, dass man die aus 1 Mol. 1,3-Dinitro-4,6-dichlorbenzol, durch Einwirkung von a) 1 Mol. p-Amidophenol und 1 Mol. p-Amidophenol-o-sulfosäure bez. p-Amidosalicylsäure, b) 1 Mol. p-Amidophenol-o-sulfosäure und 1 Mol. p-Amidosalicylsäure, c) 1 Mol. o-Amidophenol und 1 Mol. p-Amidophenol bez. p-Amidophenol-o-sulfosäure bez. p-Amidosalicylsäure entstehenden asymmetrischen Dinitrooxydiphenyl-m-phenyldiamine mit Schwefel und Schwefelalkalien erhitzt.

Darstellung eines grünen substantiven Trisazofarbstoffes aus o-Chloranilin. (No. 116 521. Vom 27. März 1900 ab. J. Rud. Geigy & Co. in Basel.)

Versucht man das p-Nitranilin in der Grüncombination: Phenol + Benzidin + Amidonaphtholdisulfosäure H + p-Nitranilin durch andere Amine zu ersetzen, so erhält man in der Regel weit farbschwächere Producte und meist sogar gar keine grünen Farbstoffe. In der französischen Patentschrift 287 971 sind neuerdings mit Erfolg an Stelle von p-Nitranilin Dichloraniline verwendet worden. Bei der Prüfung, welchen Einfluss die relative Stellung des Chloratoms auf die Bildung eines intensiv grünen Farbstoffes habe, zeigte sich, dass von den drei Monochloranilinen nur das o-Chloranilin einen intensiv grünen Farbstoff erzeugt, der dem des p-Nitranilins gleichwertig ist, während m-Chloranilin grünlichgraue und p-Chloranilin bläulichgraue werthlose Töne erzeugen. Es geht daraus hervor, dass die Grünbildung nicht von dem Vorhandensein von mindestens 2 Chloratomen abhängig ist, sondern ausschliesslich von der Orthostellung eines Chloratoms. Von Interesse ist auch, dass hier nicht wie in der Reihe der Nitraniline das Paraderivat, sondern das Orthoderivat die brauchbarsten Combinationen liefert.

Patentspruch: Verfahren zur Darstellung eines grünen substantiven Trisazofarbstoffes, darin bestehend, dass an Stelle der im Patent 66 351 und dessen Zusatz 71 302 verwendeten Monoazofarbstoffe hier der Monoazofarbstoff aus diazotirtem o-Chloranilin und Amidonaphtholdisulfosäure H mit Tetrazodiphenyl zu einer Zwischenverbindung vereinigt und diese mit Phenol combinirt wird.

¹⁾ Ztschr. angew. Chemie 1900, 673.

Darstellung eines schwarzen Trisazofarbstoffs aus 1,8-Amidonaphthol-4-sulfosäure. (No. 116 349; Zusatz zum Patente 91 855. Vom 10. October 1899 ab. Badische Anilin- und Soda-Fabrik in Ludwigshafen a. Rh.)

Patentspruch: Verfahren zur Darstellung eines schwarzen Trisazofarbstoffs aus 1,8-Amidonaphthol-4-sulfosäure gemäss dem Verfahren der Patente 91 855 und 114 976, darin bestehend, dass man in das Molecül der 1,8-Amidonaphthol-4-sulfosäure ein Molecül Diazosulfanilsäure in die Amidoseite und ein Molecül der Diazoverbindung des o-Amidoazotoluols in die Phenolseite einführt.

Darstellung von Azofarbstoffen. (No. 116 565; Zusatz zum Patente 108 546. Vom 28. September 1899 ab. Farbwerk Mühlheim vorm. A. Leonhardt & Co. in Mühlheim a. M.)

In der Patentschrift 108 546 (britische Patentschrift 24 830/1898) ist gezeigt worden, dass Azofarbstoffe aus 1,8-Diazonaphtholsulfosäuren und 1,8-Naphthylaminsulfosäuren durch eine gelinde Behandlung mit aromatischen Aminen in Derivate übergeführt werden, welche sich durch ihren blaueren Farbenton vortheilhaft von Ausgangsmaterialien unterscheiden. Es hat sich nun ergeben, dass dieses Verfahren sich nicht auf die hydroxylhaltigen Farbstoffe des Patentes 108 546 beschränkt, sondern eine allgemeinere Geltung hat, insofern auch Farbstoffe aus einfachen Diazokörpern und 1,8-Naphthylaminsulfosäure eine entsprechende Umwandlung in röthere bez. blauere Derivate von erhöhter technischer Brauchbarkeit erfahren. Das Einwirkungsproduct von p-Toluidin auf den Azofarbstoff: p-Sulfanilsäure + 1,8-Naphthylaminsulfosäure färbt Wolle roth. In analoger Weise erhält man mit Naphtionsäure ein Bordeaux, mit 1,4-Nitronaphthylaminsäuren blauviolette bis blaue Farbstoffe.

Patentspruch: Verfahren zur Darstellung von Azofarbstoffen, darin bestehend, dass bei dem Verfahren des Patents 108 546 die Farbstoffe aus Diazonaphtholsulfosäuren und 1,8-Naphthylaminsulfosäure ersetzt werden durch solche aus diazotirter Sulfanilsäure, Naphtionsäure oder 1,4-Nitronaphthylaminsulfosäure und 1,8-Naphthylaminsulfosäure.

Darstellung gemischter Disazofarbstoffe aus 2,7-Amidonaphthol. (No. 116 872. Vom 25. Mai 1899 ab. Farbenfabriken vorm. Friedr. Bayer & Co. in Elberfeld.)

Werthvolle Farbstoffe, welche ungebeizte Baumwolle in violetten bis blauen Tönen von hervorragender Klarheit anfärbten, entstehen, wenn man diejenigen Zwischenprodukte, welche durch Combination von 1 Mol. Tetrazodiphenyl-, ditolyl-, diphenoläther etc. mit 1 Mol. einer Disulfosäure des α -Naphtols erhalten werden, mit 1 Mol. des als Componente von Disazofarbstoffen noch nicht praktisch verwendeten 2,7-Amidonaphthols kuppelt. Die Farbstoffe können auf der Faser diazotirt und entwickelt werden. An Stelle der α -Naphtolsulfosäuren können auch solche Derivate verwendet werden, welche in Peristellung zur Hydroxylgruppe substituiert sind, ohne dadurch den

Charakter von Naphtolsulfosäuren zu verlieren, wie z. B. Perichlor-, Perialkyloxynaphtolsulfosäuren.

Patentanspruch: Verfahren zur Darstellung von Disazofarbstoffen, darin bestehend, dass man (unter theilweiser Benutzung der durch die Patente 40 247 und 78 937 geschützten Verfahren) die Tetrazoverbindung des Benzidins und seiner Homologen und Analogen mit α -Naphtoldisulfosäuren, Perichlornaphtolsulfosäuren oder Perialkyloxynaphtolsulfosäuren kuppelt und die so erhaltenen Zwischenprodukte mit 2,7-Amidonaphtol kombiniert.

Darstellung von Farbstoffen aus Phthalsäure-rhodaminen und aromatischen Basen.

(No. 116 416. Vom 19. Mai 1900 ab.
Farbwerke vorm. Meister Lucius & Brüning in Höchst a. M.)

Bei dem in der Patentschrift 75 500 beschriebenen Verfahren zur Überführung von Rhodaminen in leichter lösliche, waschschwierige Farbstoffe durch Behandeln mit aromatischen secundären oder tertiären Basen bei Gegenwart von Phosphoroxychlorid zeigt sich besonders bei Verwendung von Diethylrhodamin der Übelstand, dass sich das Reactionsproduct beim Lösen mit verdünnter Salzsäure zum Theil als harzige Masse abscheidet. Es wurde nun gefunden, dass man diesen Übelstand vermeidet, wenn man die Reaction bei Zusatz von wasserfreien Halogenverbindungen des Aluminiums oder Eisens ausführt, insbesondere von Aluminiumchlorid.

Patentanspruch: Verfahren zur Darstellung von Derivaten der alkylirten m-Amidophenolphthaleine, darin bestehend, dass man secundäre und tertiäre aromatische Basen auf die tetraalkylirten und dialkylirten m-Amidophenolphthaleine oder deren salzsäure Salze bei Gegenwart von Phosphoroxychlorid und unter Zusatz von wasserfreien Trihalogenverbindungen des Aluminiums oder des Eisens einwirken lässt.

Darstellung von gelben bis braunen Farbstoffen der Akridinreihe.

(No. 114 261. Vom 9. Juni 1899 ab. Farbenfabriken vorm. Friedr. Bayer & Co. in Elberfeld.)

Durch Condensation von Acetyl-m-amidotetramethyldiamidobenzhydrol mit solchen Aminen oder Diaminen, in welche der Methankohlenstoff in o-Stellung zu einer Amidogruppe eintritt, wie p-Toluidin, p-Phenetidin, β -Naphthylamin, m-Phenyldiamin, m-Amidodialkylanilin, m-Toluylendiamin, entstehen neue Basen, welche durch Erhitzen mit verdünnten Säuren glatt, bei verhältnismässig niederen Temperaturen, in Farbstoffe der Akridinreihe übergehen, welche tannierte Baumwolle und Leder in gelben bis braunen Tönen färben, indem dabei unter Abspaltung des Säurerestes und von Ammoniak Ringschluss eintritt.

Patentanspruch: Verfahren zur Darstellung von gelben bis braunen Akridinfarbstoffen, darin bestehend, dass man die im D.R.P. 79 250 beschriebenen Säurederivate der m-Amidoalkyldiamidobenzhydrole mit solchen Monoaminen oder Diaminen, in welche der Methankohlenstoff in o-Stellung zu einer Amidogruppe eingreift, bei Gegenwart von Säuren condensirt und die so erhältlichen Basen durch Erhitzen mit Säuren und eventuell

nachfolgende Oxydation in die Farbstoffe überführt.

Darstellung von Halogenderivaten aus Monoamidoanthrachinonmonosulfosäuren.

(No. 114 262. Vom 22. August 1899 ab. Badische Anilin- und Soda-fabrik in Ludwigshafen a. Rh.)

Die durch Reduction von α - und β -Nitroanthrachinonmonosulfosäure (Claus, Berichte 15, 1514) erhältlichen Monoamidoanthrachinonmonosulfosäuren können durch Einwirkung von Halogen, z. B. in wässriger Lösung, in Halogenderivate übergeführt werden, welche Wolle roth bis braun färben. Im Gegensatz zum Verfahren des Patentes 114 840 (Einwirkung von Halogen auf Diamidoanthrachinon-sulfosäuren) findet hierbei eine gleichzeitige Eliminirung der Sulfogruppe nicht statt.

Patentanspruch: Verfahren zur Darstellung von Halogensubstitutionsproducten der Monoamidoanthrachinon-sulfosäuren, dadurch gekennzeichnet, dass man die letzteren mit Chlor oder Brom oder halogenentwickelnden Mitteln behandelt.

Darstellung von stickstoffhaltigen alkali-echten Farbstoffen aus Dinitroanthrachinonen.

(No. 115 002. Vom 20. October 1897 ab. Farbenfabriken vorm. Friedr. Bayer & Co. in Elberfeld.)

In der Patentschrift 105 567 ist gezeigt, dass bei der Darstellung von wasserlöslichen Farbstoffen durch Erhitzen von Dinitroanthrachinonen mit rauchender Schwefelsäure Zwischenprodukte entstehen, welche den Charakter von Chinonimiden besitzen. Diese gehen durch Einwirkung von Wasser oder verdünnter Säure in Polyoxyanthrachinon-sulfosäuren über. Durch Einwirkung reduzierender Mittel hingegen gehen diese Zwischenprodukte in Amidoxyanthrachinon-sulfosäuren über, welche ungebeizte Wolle nicht in rothen alkaliunechten Nüancen wie die stickstofffreien Polyoxyanthrachinon-sulfosäuren, sondern in röthlich blauen bis rein blauen alkali-echten und sehr lichtechten Tönen anfärben. Es ist nicht notwendig, die Zwischenprodukte zu isolieren und dann zu reduzieren; man kann zweckmässig die das Zwischenproduct enthaltende Schmelze in mit einem Reduktionsmittel versetztes Wasser eingesen oder auch direct in die Schmelze ein geeignetes Reduktionsmittel, wie Natriumbisulfit und Zink, eintragen.

Patentansprüche: 1. Verfahren zur Überführung der nach dem Verfahren des Patentes 105 567 erhältlichen Zwischenprodukte in neue stickstoffhaltige Farbstoffe durch Behandeln mit Reduktionsmitteln. 2. Die speziellen Ausführungsformen des unter 1 beanspruchten Verfahrens, darin bestehend, dass man ohne vorhergehende Isolirung der Zwischenprodukte die durch Erhitzen von Dinitroanthrachinonen mit rauchender Schwefelsäure von 10 bis 50 Proc. Anhydridgehalt, mit oder ohne Zusatz von Reduktionsmitteln, mit oder ohne Zusatz von Borsäure auf Temperaturen von 100 bis 150° bis zur Wasserlöslichkeit erhältlichen, diese Zwischenprodukte enthaltenden Schmelzen entweder nachträglich mit einem geeigneten Reduktionsmittel versetzt oder diese Schmelzen in eine mit einem Reduktionsmittel versetzte Flüssigkeit giesst.

Darstellung von Condensationsproducten der Halogenchinizarine mit aromatischen Aminen. (No. 114 199; Zusatz zum Patente 86 150. Vom 22. Januar 1899 ab. Farbenfabriken vorm. Friedr. Bayer & Co. in Elberfeld.)

Das Halogenatom von Halogenchinizarinen in zweiter Stellung ist derart beweglich, dass es durch die Einwirkung von Alphylaminen sehr leicht substituirt wird. Das zuerst entstehende Monosubstitutionsproduct reagirt bei verstärkten Reactionsbedingungen mit einem zweiten Moleköl des angewandten Amins. Diese beiden Condensationsproducte sind identisch mit den in der Patentschrift 86 150 beschriebenen Mono- und Disubstitutionsproducten des Purpurins. Bei der verschiedenen Beweglichkeit der zu ersetzenen Radicale gelingt es hier leicht, die einzelnen Phasen der Reaction festzuhalten.

Patentanspruch: Neuerung in dem Verfahren des Patentes 86 150, darin bestehend, dass man an Stelle des im Verfahren des Anspruchs 2 des obengenannten Patentes verwendeten Purpurins hier Chlor- bez. Bromchinizarin mit primären aromatischen Aminen condensirt.

Klasse 39: Horn, Elfenbein, Kautschuk, Gutta-percha und andere plastische Massen.

Ersatz für Campher bei der Herstellung von Celluloid. (No. 117 542. Vom 29. Juni 1899 ab. Société générale pour la Fabrication des Matières plastiques in Paris.)

Bisher wurde Celluloid durch Lösen von Nitrocellulose in Campher bez. aus einer Mischung von Nitrocellulose, Campher und Alkohol oder anderen Lösungsmitteln hergestellt. Durch Versuche ist nun festgestellt worden, dass Naphtalin sehr wohl geeignet ist, den Campher unter Anwendung eines geeigneten Lösungsmittels völlig zu ersetzen, und dass die celluloidartige Masse bei vollständigem Ersatz des Camphers durch Naphtalin bessere Eigenschaften erhält, d. h. widerstandsfähiger wird und sich leichter verarbeiten und billiger herstellen lässt. Der Geruch des Naphtalins verschwindet, wenn man das Product einige Zeit an der Luft liegen lässt.

Patentanspruch: Verfahren zur Herstellung von Celluloid, darin bestehend, dass man Nitrocellulose ohne Anwendung von Campher mit einer Lösung von Naphtalin in einem geeigneten Lösungsmittel behandelt, d. h. den bisher gebräuchlichen Campher völlig durch Naphtalin ersetzt.

Verfahren zur Herstellung von Kunsthholz. (No. 117 512. Vom 21. Mai 1899 ab. Anton Skrobanek in Wien und Albert König in Budapest.)

Patentanspruch: Verfahren zur Herstellung von Kunsthholz, darin bestehend, dass mit Sägespänen (mit oder ohne Zusatz von Abfallpapier) gemengter, sowie mit Ätzkalklösung getränkter und mit mineralischen Füllstoffen (kieselsaurem Kalk, Quarzsand, pulverisiertem gebranntem Thon, borsaurem und kieselsaurem Natron) versetzter Torfmull schichtenweise abwechselnd mit aus Tofaserstoff auf beliebige bekannte Art erzeugten,

unter einander gekreuzt verlegten Floren oder Vliesen in Pressformen eingebracht und daselbst einem kräftigen Druck unterworfen wird.

Klasse 85: Wasser, Wasserleitung und Canalisation.

Abwässerreinigung. (No. 116 623. Vom 25. September 1898 ab. Richard Claus in Leipzig.)

Das Proskowetz'sche Verfahren erfordert zur Durchführung der Wasserreinigung ein verhältnismässig grosses Areal, das sich für 1000 Centner täglicher Rübenverarbeitung in Sadowa auf 20,6 ar und in Sokolnitz gar auf 47 ar stellt. Das vorliegende Verfahren braucht im Gegensatz zum Proskowetz'schen, welches zwei bis drei Rieselelder erfordert, nur ein einziges und zwar verhältnismässig kleines Rieselfeld in der ersten Station der Wasserbearbeitung, wobei in der Endstation die Rieselelder ganz wegfallen und durch eigenartig wirkende Klärbassins ersetzt sind, durch welch letztere nicht nur Reinigung, sondern auf charakteristische Weise auch Luftsättigung des Wassers herbeigeführt wird. Während Proskowetz für 1000 Centner Rüben 20,6 ar und 47 ar Areal nötig hat, sind für das vorliegende neue Verfahren nur 5,4 ar Rieselfeld, und zwar nur für die erste Bearbeitungsstation des Wassers, erforderlich. Die Abwässer der einzelnen Stationen eines Betriebes werden vereinigt und einer Anzahl Klärbassins bez. Gruben B (Fig. 1) zugeführt, in welchen



Fig. 1.



Fig. 2.

die suspendirten Stoffe sich absetzen. Das Wasser tritt aus dieser Kläranlage auf ein Stück Land C (Fig. 2), welches aus Acker oder Wiese bestehen kann. Letzteres ist mit einer Tiefdrainage E versehen, deren einzelne Stränge mit Kies umhüllt sind, um eine bessere Filtrationswirkung zu erzielen und das Verschließen der Drains zu verhindern. Die Drains münden in einen Sammelbassinbrunnen F. Das Wasser aus den Klärgruben tritt oben auf das Land C, filtrirt durch den Boden und geht durch die Drains nach dem Sammelbrunnen F, von wo es zur Behandlung von Kalk und Aluminiumsalz der Klär- und Sedimentirungs-Endstation zugeführt wird. Es gelangt zunächst in die Mischbassins M (Fig. 3), wo es mit den Chemikalien versetzt und vermittelst besonderer konstruirter Rührwerke mechanisch innig gemischt wird. Aus den Mischungsgefässen M gelangt das Wasser nach einer Reihe Absatzbassins G von besonderer Bauart. Dieselben sind mit Überlaufrändern versehen, welche mit ringsum laufenden Sammeltanälen in Verbindung stehen, von welch letzteren

das Wasser nach dem nächsten Bassin geleitet wird, und zwar derart, dass es in dasselbe von unten her eintritt. Der Betrieb gestaltet sich derart, dass das aus allen Mischgefassen *M* abfließende Wasser vereinigt in ein Absatzbassin *G* unten eintritt und einen Theil des durch die Chemikalien entstandenen Niederschlages absetzt; von diesem Bassin tritt es oben über und gelangt mittels Rohrleitung von unten her in das nächste Bassin, wo es wieder absetzt. Nach dem Passiren von noch einigen dieser Absatzbassins *G* resultirt

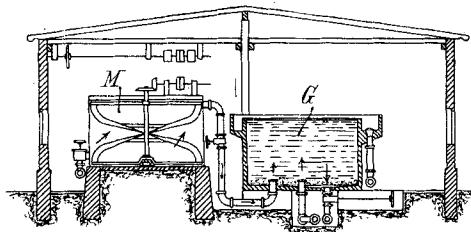


Fig. 3.

reines, klares Wasser. Bei einem jedesmaligen Überlauf aus einem Absatzbassin nach der Sammelrinne sättigt sich das Wasser mit der Luft, indem es an der Wand des Überlaufes langsam in dünner Schicht herabrieselt, um schliesslich aus der Überlaufrinne des jeweiligen letzten Bassins durch ein Rohr gereinigt abzufliessen. Die Anordnung der Absatzbassins *G* und deren Verbindung unter einander gestattet, dass jederzeit irgend ein Bassin aus dem Turnus ausgeschaltet und ein anderes noch nicht in demselben befindliches eingeschaltet werden kann, ohne den Betrieb zu unterbrechen. Der sich in den Bassins absetzende Niederschlag wird entweder abgesaugt und durch geeignete Filtrationsapparate geschickt oder nach Ausschaltung des betreffenden Bassins ausgeschossen.

Patentanspruch: Verfahren zur Reinigung von Abwässern durch Berieselung und Fällung, wobei die vorgeklärten Wässer durch Berieselung und darauf folgende Fällung mit Eisen- bez. Thonerdesalzen einerseits und Kalk andererseits gereinigt werden, dadurch gekennzeichnet, dass die Wässer nach der letzteren Behandlung mit Chemikalien durch eine Reihe von mit Überlaufrändern und Sammelrinnen am oberen Rand versehenen Klärbassins (*G*) geleitet werden, und zwar

so, dass die Wässer von unten her in die einzelnen Bassins eingeleitet werden, um beim Überfliessen der Überlaufränder der Sammelrinnen mit Luft gesättigt zu werden, wodurch eine Verringerung der sonst erforderlichen Rieselflächen im Vorverfahren ermöglicht werden soll.

Verfahren zur biologischen Wasserreinigung. (No. 117 272. Vom 20. Februar 1900 ab. Firma Carl Pieper in Berlin.)

Die vorliegende Erfindung bezieht sich auf die sogenannte aerobische Behandlung oder Behandlung durch Sauerstoffzufuhr behufs möglichst vollständiger Nitrification des ursprünglich organischen Stickstoffes. Das Filtermaterial wird mit mineralischen Sauerstoffträgern versetzt, welche fähig sind, einerseits Sauerstoff leicht abzugeben, und zwar in genau den Mengen, als sie zur vollständigen Oxydation des organischen und Ammoniastickstoffes erforderlich werden, andererseits sich durch Luftberührung leicht wieder mit Sauerstoff zu sättigen. Da der Bewässerungszeit eines Filters, die ungefähr täglich 6 Stunden in Anspruch nimmt, eine Ruhe, d. i. eine Durchlüftungszeit von 18 Stunden folgt, so hat das in Rede stehende Material ausreichend Zeit, sich den Sauerstoffverlust wieder anzueignen.

Patentanspruch: Verfahren zur biologischen Wasserreinigung, dadurch gekennzeichnet, dass das Filtermaterial mit mineralischen Sauerstoffträgern durchsetzt ist, die, wie Mangan- und andere Oxide, Sauerstoff leicht abgeben und wieder aufnehmen.

Verfahren, den mittels Thonerdesalzes und Kalks aus Schmutzwässern erhaltenen Schlamm gut filtrationsfähig zu machen. (No. 117 695. Vom 3. December 1899 ab. Firma A. L. G. Dehne in Halle a. S.)

Patentanspruch: Verfahren zur Entwässerung des bei Zusatz eines Thonerdesalzes und Kalks entstehenden schlammartigen Bodensatzes in schmutzigen Wässern, dadurch gekennzeichnet, dass zum Zwecke der Ermöglichung der Filtration dieses Bodensatzes behufs Gewinnung abgepresster Kuchen zu Düngzwecken nach dem Abziehen des über dem Schlamm stehenden gereinigten Wassers dem Schlamm vor der Filtration schwefelsaure Thonerde zugesetzt wird, die durch nachfolgenden Zusatz von Ätzkalk neutralisiert wird.

Wirthschaftlich-gewerblicher Theil.

Elektrochemische Unternehmungen in den Vereinigten Staaten von Amerika.

[Schluss von S. 148.]

M. Phosphor wird an den Fällen von der Oldbury Electro-Chemical Co. mit Hülfe elektrischer Hitze gewonnen.

Seit dem letzten Frühjahr hat die Electric Lead Reduction Co. of Niagara Falls damit begonnen, Bleiglanz mittels Elektrolyse zu Bleischwamm und Schwefelwasserstoff zu verarbeiten, und zwar wurde täglich 1 t Blei producirt. Da

die erzielten Resultate sehr zufriedenstellend gewesen sind, so hat die gen. Gesellschaft bereits die nothwendigen Maschinen bestellt, um die Production auf 10 t pro Tag zu erhöhen.

Die Entwicklung der Calciumcarbid-industrie ist eine dauernd günstige. Die Controle über dieselbe liegt in den Händen der Union Carbide Co., welche gegenwärtig zwei Fabriken in Betrieb hat: eine grössere zu Niagara Falls und eine andere zu Marie im Staate Michigan. Auch in Canada sind zwei Fabriken in Thätigkeit, eine zu St. Catherine und eine neuere zu Ottawa;