

Patentbericht.

Klasse 10: Brennstoffe, Verkohlung, Verkokung, Brikettfabrikation.

**Gewinnung der Nebenprodukte aus Koks-
ofengasen.** (No. 138 250. Vom 26. No-
vember 1899 ab. Wilhelm Heinemann
in Bochum.)

Der Erfinder hat festgestellt, daß Koks-
ofengase, nachdem sie die Kolonnenapparate oder Scrubber
verlassen haben, also bereits vollständig ab-
gekühlt sind, noch neue Mengen von Teer und
Ammoniak ergeben, wenn man einen Dampfstrahl
in sie einführt. Vorliegende Erfindung bezweckt
also die vollständige Abscheidung des Teers und
Ammoniaks dadurch zu erreichen, daß der Dampf
zur Einwirkung auf die bereits stark abgekühlten
Gase gebracht wird. Zu dem Zweck wird der
Dampf in die Hauptrohrleitung für das von den
Koksöfen kommende Rohgas, in einer oder mehr-
eren geeigneten Stellen eingeführt, und zwar
zweckmäßig injektorartig, damit er gleichzeitig
saugend wirkt und die bislang für das Absaugen
der Gase benötigten Gassauger mit Maschinen-
antrieb und Transmission entbehrlich macht. Das
Verfahren besitzt folgende Vorteile: 1. Die Ab-
scheidung von Teer und Ammoniak ist vollständiger
als bislang. 2. Es wird ein erheblich reicheres
Ammoniakwasser als bisher erhalten. 3. Die um-
fangreichen Kolonnenapparate und Scrubber kön-
nen fortfallen. 4. Es sind keine besonderen Ab-
saugemaschinen für das Rohgas mehr erforderlich.

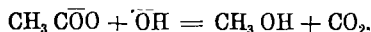
Patentansprüche: 1. Verfahren zur Gewinnung
der Nebenprodukte aus Koks-
ofengasen, dadurch gekennzeichnet, daß in das von den Öfen kommende,
bereits abgekühlte Rohgas Wasserdampf, zweck-
mäßig in Form eines injektorartig wirkenden
Strahles, eingeführt wird, zu dem Zweck, durch
den sich kondensierenden Wasserdampf die im
Rohgas enthaltenen Teerteilchen auszuschcheiden und
das Ammoniakgas zu absorbieren. 2. Ausführungs-
form des Verfahrens nach Anspruch 1, dadurch
gekennzeichnet, daß der Wasserdampf in die für
sämtliche Öfen einer oder mehrerer Batterien ge-
meinsame Hauptrohrleitung eingeführt wird.

Klasse 12: Chemische Verfahren und Apparate.

**Elektrolytische Darstellung von Alkoholen
bez. Aldehyden oder Ketonen aus
Salzen von Carbonsäuren.** (No. 138 442.
Vom 12. Mai 1901 ab. Dr. Martin Moest
in Höchst a. M.)

Bei Versuchen über die Elektrolyse von Gemengen
organischer und anorganischer Salze gelangt man
zu einer ganz neuen überraschenden Reaktion auf
dem Gebiete der Elektrolyse, welche große tech-
nische Bedeutung hat. Elektrolysiert man nämlich
ein derartiges Gemenge in wässriger Lösung, so
erhält man nicht, wie zu erwarten wäre, die dies-
bezüglichen anorganischen Ester, sondern als Haupt-
produkt die Alkohole $C_n H_{2n+1} OH$, wenn die
verwendeten Carbonsäuren die Zusammensetzung
 $C_n H_{2n+1} COOH$ hatten, wobei das Hydroxyl an

Stelle des Carboxyls tritt. Die Reaktion stellt
eine direkte Vereinigung des elektrolytischen Restes
mit Hydroxylionen dar, welche bei der Abscheidung
des anorganischen Anions durch Einwirkung auf
Wasser entstehen oder — bei hydrolytisch ge-
spaltenen Salzen — schon im Elektrolyten vor-
handen sind. Besonders günstig verläuft die Bil-
dung von Methylalkohol aus essigsäuren Salzen,
und zwar nach folgendem Schema:



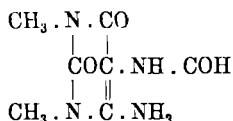
Für die Ausführung der Reaktion ist es gleich-
gültig, ob man die anorganischen Salze von vorn-
herein zusetzt oder ob sich dieselben — z. B. beim
Arbeiten ohne Diaphragmacarbonate — erst wäh-
rend der Elektrolyse bilden.

Der einmal gebildete Alkohol bleibt im Elektro-
lyten unter Einhaltung bestimmter Vorsichtsmaß-
regeln im wesentlichen unverändert. Doch wird
derselbe unter anderen Verhältnissen direkt zum
entsprechenden Aldehyd bez. Keton oxydiert, sodaß
dann der Alkohol nicht das Endprodukt, sondern
hauptsächlich ein Zwischenprodukt darstellt. Bei
der Ausführung des Verfahrens hat man insbeson-
dere Rücksicht auf die Natur, die Mengenverhält-
nisse sowie die Konzentration der einzelnen Be-
standteile zu nehmen. Ferner sind von maßgebendem
Einflusse die Stromdichte, die Temperatur und
endlich, ob der Elektrolyt dauernd neutral, alkalisch
oder sauer gehalten wird. Die diesbezüglichen
Verhältnisse sind in jedem einzelnen Falle besonders
auszuprobieren und können im allgemeinen inner-
halb beträchtlicher Grenzen schwanken. Der Prozeß
verläuft gleich günstig mit oder ohne Anwendung
getrennter Elektrodenräume. Als organische Elektro-
lyte haben sich geeignet erwiesen sowohl die Salze
der organischen ein- und mehrbasischen aliphatischen
Carbonsäuren wie diejenigen aromatischen Carbon-
säuren, welche die Carboxylgruppen in aliphatischen
Seitenketten enthalten; als anorganische die Salze
sowohl von ein- wie mehrbasischen Säuren, sofern
dieselben an der Anode keine schädlichen Produkte,
z. B. Chlor, NO_2 und dgl. liefern. Die Ausbeute
ist an Alkohol bez. Aldehyd oder Keton nament-
lich bei den niederen Fettsäuren sehr gut. Bei
Säuren mit längerer Kette nimmt sie etwas ab.

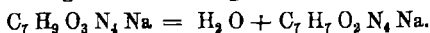
Patentanspruch: Verfahren zur elektroly-
tischen Darstellung von Alkoholen bez. Aldehyden
oder Ketonen aus Salzen von Carbonsäuren, darin
bestehend, daß man die Salze von aliphatischen
und solchen aromatischen Carbonsäuren, welche
die Carboxylgruppe in einer aliphatischen Seiten-
kette enthalten, bei Gegenwart anorganischer Salze,
ausgenommen diejenigen Salze, welche wie die
Haloide und Nitrite schädliche Produkte an der
Anode liefern, der Elektrolyse unterwirft.

**Darstellung von Theophyllin bez. dessen
Alkalisalzen.** (No. 138 444. Vom 1. Januar
1902 ab. Farbenfabriken vorm. Friedr.
Bayer & Co. in Elberfeld.)

Nach W. Traube kann man Theophyllin erhalten,
wenn man das Monoformylderivat des 1.3-Di-
methyl-4.5-diamino-2.6-dioxypyrimidins der Formel



auf hohe Temperaturen (260°) erhitzt. Es wurde nun gefunden, daß sich die genannte Formylverbindung auch dadurch in Theophyllin überführen läßt, daß man sie in der Wärme mit Alkalien behandelt. Die Reaktion verläuft in der Weise, daß das durch die Einwirkung des Alkalis auf die Formylverbindung zunächst gebildete Alkalisalz unter Abspaltung eines Moleküls Wasser in das entsprechende Alkalisalz des Theophyllins übergeht gemäß folgender Gleichung:



Patentspruch: Verfahren zur Darstellung von Theophyllin bez. dessen Alkalisalzen, darin bestehend, daß man die Formylverbindung des 1.3-Dimethyl-4.5-diamino-2.6-dioxypyrimidins solange der Einwirkung von Alkalien unterwirft, bis Ringschluß eingetreten ist.

Reduktion von Nitro-, Azoxy-, Azo- und Hydrazoverbindungen. (No. 138496. Vom 14. August 1900 ab. Chemische Fabriken vorm. Weiler-Ter-Meer in Ürdingen a. Rh.)

Nach vorliegender Erfindung bilden für Nitro- und verwandte Körper Eisen und Alkali ein hervorragendes Reduktionsmittel. Es entstehen bei Anwendung desselben z. B. auf Nitrobenzol: Azoxybenzol, Azobenzol, Hydrazobenzol, Anilin und gestattet das vorliegende Verfahren, jede einzelne dieser Verbindungen gesondert darzustellen bez. z. B. Azoxybenzol oder Azobenzol zu Hydrazobenzol zu reduzieren u. s. w. Bei der Anwendung von beispielsweise Natron als Alkali verläuft der Reduktionsprozeß so, daß der Nitrokörper je nach der Dauer und Art der Reduktion das gewünschte Reduktionsprodukt gibt, während der vom Reduktionsprodukt getrennte Schlamm beim Verdünnen mit Wasser in Eisenoxyd bez. Eisenoxydhydrat und Natronlauge zerfällt. Die Natronlauge wird erfolgreich nach dem Konzentrieren zu neuen Reduktionen benutzt. Als weiterer technischer Effekt ist hervorzuheben, daß der teure Zinkstaub durch das billige Eisen ersetzt wird, von dem infolge seines niedrigeren Molekulargewichtes sowie seiner Fähigkeit, sich zu Fe_2O_3 zu oxydieren, wesentlich weniger zur Reduktion benötigt wird, als wie von Zinkstaub. Z. B. werden zur Herstellung von Hydrazobenzol aus 1000 kg Nitrobenzol nur 900 bis 1000 kg Eisen verbraucht statt 1600 kg des ungefähr zehnmal so teuren Zinkstaubes.

Patentspruch: Verfahren zur Reduktion von Nitro-, Azoxy-, Azo- und Hydrazoverbindungen der Benzolreihe, dadurch gekennzeichnet, daß man diese Verbindungen eventuell bei Gegenwart eines organischen Lösungsmittels mit Eisen und wässriger Alkalilauge erhitzt.

Darstellung aromatischer o-Oxycarbonsäuren. (No. 138563; Zusatz zum Patente 133500¹⁾ vom 25. August 1900. Chemische

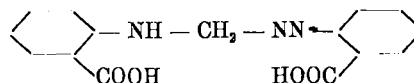
Fabrik auf Aktien (vorm. E. Schering) in Berlin.)

Patentspruch: Die weitere Ausbildung des durch Patent 133500 geschützten Verfahrens zur Herstellung aromatischer o-Oxycarbonsäuren, darin bestehend, daß man an Stelle des beim Verschmelzen von benzolsulfosaurem Alkali mit Ätzalkali resultierenden Gemenges von Phenolalkali und Alkalisulfit das beim Verschmelzen eines Alkalisalzes anderer sulfurierter aromatischer Kohlenwasserstoffe mit Ätzalkali entstehende Gemenge der Alkaliverbindung eines Phenols oder Naphtols und Alkalisulfit in bekannter Weise mit Kohlensäure behandelt.

Darstellung von Methylendianthranilsäure.

(No. 138393. Vom 19. November 1901 ab. Dr. Gustav Heller in Erlangen.)

Es wurde gefunden, daß es unter bestimmten Bedingungen leicht gelingt, eine neue Verbindung in guter Ausbeute zu isolieren, welche sich aus 1 Mol. Formaldehyd und 2 Mol. Anthranilsäure in der Weise bildet, daß der Formaldehyd in die beiden Amidogruppen der Anthranilsäure eingreift. Der neuen Verbindung kommt wahrscheinlich folgende Konstitution zu:



Sie löst sich in den meisten Lösungsmitteln schwer, läßt sich aber aus Aceton umkrystallisieren und schmilzt dann bei 157°. Die Verbindung soll das Ausgangsmaterial zur Darstellung von Indigopräparaten bilden.

Patentspruch: Verfahren zur Darstellung eines Kondensationsproduktes aus 1 Mol. Formaldehyd und 2 Mol. Anthranilsäure, darin bestehend, daß man äquivalente Mengen der beiden Substanzen bei Gegenwart von Lösungsmitteln auf einander einwirken läßt.

Darstellung von Naphtacenchinonderivaten.

(No. 138325; Zusatz zum Patente 134985¹⁾ vom 14. September 1900. Dr. Chr. Deichler in Berlin und Dr. Ch. Weizmann in Genf.)

Steigert man in dem Verfahren des Hauptpatentes 134985 während längerer Zeit die Temperatur auf 200 bis 300°, so findet eine Oxydation durch die Schwefelsäure statt und man erhält Dioxynaphtacenchinon bez. Dioxynaphtacenchinonsulfosäure. Das Dioxynaphtacenchinon wird vorzugsweise erhalten, wenn man eine Schwefelsäure von 90 bis 100 Proz. H_2SO_4 -Gehalt anwendet, während bei Verwendung einer starken Säure, z. B. einer rauchenden Säure von 1 bis 30 Proz. SO_3 -Gehalt, vorzugsweise die Dioxynaphtacenchinonsulfosäure entsteht.

Patentsprüche: 1. Verfahren zur Darstellung von Dioxynaphtacenchinon bez. Dioxynaphtacenchinonsulfosäure, darin bestehend, daß man im Verfahren des Hauptpatentes 134985 die Temperatur auf 200 bis 300° so lange steigert,

¹⁾ Zeitschr. angew. Chemie 1902, 789.

¹⁾ Zeitschr. angew. Chemie 1902, 1147.

bis spektroskopisch kein Monooxynaphtacenchinon bez. keine Monooxynaphtacenchinonsulfosäure mehr nachzuweisen ist. 2. Ausführungsform des durch Anspruch 1 geschützten Verfahrens, darin bestehend, daß man die nach dem Verfahren des Hauptpatents erhältlichen und isolierten Produkte gemäß obigem Anspruch 1 behandelt.

Darstellung von Dioxynaphtacenchinon.

(No. 138 324. Vom 14. September 1900 ab.
Dr. Chr. Deichler in Berlin und Dr. Ch. Weizmann in Genf.)

Verschmilzt man das nach dem Verfahren des Patentes 134 985¹⁾ erhältliche Oxynaphtacenchinon oder die ebenfalls danach erhältliche Oxynaphtacenchinonsulfosäure mit Ätzalkalien, mit oder ohne Zusatz eines Oxydationsmittels, so erhält man aus beiden Verbindungen ein und dasselbe Dioxynaphtacenchinon, welches identisch ist mit dem von Gabriel und Leupold näher untersuchten und als Dioxynaphtacenchinon erkannten „Iso-äthindiphtalid“. Das Dioxynaphtacenchinon ist ein wertvolles Ausgangsmaterial für die Darstellung von Farbstoffen.

Patentanspruch: Verfahren zur Darstellung von Dioxynaphtacenchinon, darin bestehend, daß man Oxynaphtacenchinon oder Oxynaphtacenchinonsulfosäuren mit Ätzalkalien mit oder ohne Zusatz eines Oxydationsmittels wie Kaliumchlorat verschmilzt.

Darstellung von β -Jonon bez. eines an β -Jonon reichen Jonons. (No. 138 100; Zusatz zum Patente 73 089 vom 25. April 1893. Haarmann & Reimer, Chemische Fabrik zu Holzminden, G. m. b. H. in Holzminden.)

Patentansprüche: 1. Besondere Ausführungsform des durch Patent 73 089 geschützten Verfahrens, dadurch gekennzeichnet, daß man die Inversion des Pseudo-Jonons mit konzentrierter (70—100-proz.) Schwefelsäure in der Kälte ausführt, zu dem Zwecke, ein ganz oder im wesentlichen aus β -Jonon bestehendes Jonon zu erhalten. 2. Abänderung des durch Anspruch 1 gekennzeichneten Verfahrens, darin bestehend, daß man das nach dem Verfahren des Patentes 73 089 dargestellte Pseudo-Jonon nacheinander mit verdünnten Säuren und mit konzentrierter Schwefelsäure behandelt.

Herstellung von hochgeschwefelten Kohlenwasserstoffen aus den durch trockene Destillation von Säureabfallteer mit Erdalkalioxyden gewonnenen ungesättigten Kohlenwasserstoffen. (No. 138 345. Vom 20. August 1901 ab. John E. W. Bengough in Wien.)

Bei der trockenen Destillation des mit Erdalkalioxyden, vorzugsweise mit Ätzkalk gemischten Säureabfallteers entstehen fast ausschließlich ungesättigte Kohlenwasserstoffe. Dieselben nehmen direkt durch Addition Halogene und Chlorschwefel auf und liefern damit schwere, dicke, braune, ölartige Körper. Für die Darstellung hochgeschwefelter Kohlenwasserstoffe sind zumeist die höher siedenden Kohlenwasserstoffe von Wichtigkeit. Das Chlorschwefeladditionsprodukt, ein dickes, braunes Öl darstellend, kann ebenso wie gechlorschwefelte ungesättigte Fettsäuren durch Kochen mit Alkalien oder Erdalkalihydroxyden quantitativ und leicht entchlort werden. Man erhält so bis zu 30 Proz. Schwefel enthaltende geschwefelte Kohlenwasserstoffe, welche nicht identisch sind mit den mit Hilfe von Schwefel geschwefelten Kohlenwasserstoffen, die sich von diesen außer durch den Geruch auch durch einen höheren Schwefelgehalt (bei vollständiger Schwefelung) und durch schwierigere Sulfierbarkeit mit Schwefelsäure unterscheiden. Die so erhaltenen Produkte sollen in der Pharmacie Verwendung finden.

Patentanspruch: Verfahren zur Herstellung von hochgeschwefelten Kohlenwasserstoffen, aus den durch trockene Destillation von Säureabfallteer mit Erdalkalioxyden gewonnenen, ungesättigten Kohlenwasserstoffen, dadurch gekennzeichnet, daß man Chlorschwefel (S_2Cl_2) auf die erwähnten Kohlenwasserstoffe einwirken läßt und das Produkt zur Entfernung des Chlors mit 10-proz. Natronlauge behandelt.

Klasse 39: Horn, Elfenbein, Kautschuk, Guttapercha und andere plastische Massen.

Herstellung homogener Mischungen von Kautschuk mit organischen Kolloiden. (No. 138 511. Vom 16. Oktober 1901 ab. Dr. C. O. Weber in Manchester und A. Cairns in Glasgow.)

Patentansprüche: 1. Verfahren zur Darstellung von Produkten aus Kautschuk und Viskoselösungen, dadurch gekennzeichnet, daß zur Erzeugung homogener Gemenge die konzentrierten Viskoselösungen zunächst mit solchen Stoffen, welche sich mit Kautschuk mischen, wie flüssigen, zähflüssigen, halbfesten oder plastischen Kohlenwasserstoffen, fetten Ölen im rohen, gekochten, geblasenen oder geschwefelten Zustande, tierischen und vegetabilischen Fetten, Cholesterin (Wollfett), Stearinpech, weichen Harzen und harzähnlichen Körpern, wie Pontianac oder den bei der Reinigung der Guttapercha erhältlichen harzähnlichen Substanzen, Terpenen, ätherischen Ölen oder Balsamen emulgiert werden. 2. Eine Ausführungsform des Verfahrens nach Anspruch 1, darin bestehend, daß die Viskoseemulsion vor der Mischung mit dem Kautschuk gelagert und zur Beseitigung von Verunreinigungen einem Waschprozeß unterworfen wird.

¹⁾ Zeitschr. angew. Chemie 1902, 1147.