

Erzeugung von Acetylen benutzt wird. Dies hat sich als ausführbar herausgestellt: G. F. Brindley von der Niagara Electrochemical Co. hat ein Verfahren ausgearbeitet, „Oxone“, wie das neue Produkt bezeichnet wird, auf kommerzielle Weise zu fabrizieren. Die der Versammlung von F. vorgelegten Proben bestanden in viereckigen Blöcken von 70 g Gewicht und waren speziell für die Erzeugung von Sauerstoff bei stereoptischen Arbeiten angefertigt worden. Nach einer Mitteilung von Dr. Foersterling beabsichtigt die Roessler & Hasslacher Co., auch runde Kuchen von 180 g Gewicht zu fabrizieren. Werden die Kuchen in Wasser gebracht, so entwickelt sich sofort reiner Sauerstoff und zwar liefert 1 Pfund „Oxone“ 59 Liter oder 2,08 Kubikfuß Gas. Wird das „Oxone“ in einem gewöhnlichen Gasgenerator, wie solche gewöhnlich in Laboratorien benutzt werden, verwendet, so bildet es eine sehr bequeme Sauerstoffquelle. Unter gewöhnlichen Umständen scheint es an der freien Luft sehr beständig zu sein. Dr. Foersterling zufolge wurde probeweise ein Oxonekuchen von 178 g auf einem Glasteller der offenen Luft ausgesetzt, wobei sich der Verbrauch auf 0,618 g in 1 Stunde stellte; es entspricht dies einer Erzeugung von 90 ccm Gas in 1 Stunde.

In Hinsicht auf die Absorbierung von Carbon-dioxyd durch das bei der Zersetzung von Natriumperoxyd gebildete Natriumhydrat hat man den Vorschlag gemacht, das Oxone zwecks Zufuhr von Sauerstoff und Absorbierung von Carbondioxyd für unterseeische Böte und ähnliche Fälle zu verwenden.

Außerdem produziert die Roessler & Hasslacher Chemical Co. noch folgende Peroxyde.

Calciumperoxyd, enthaltend 60—65% CaO_2 ; es ist unlöslich in Wasser, macht aber Sauerstoff in Gegenwart von feuchten organischen Stoffen oder bei Erhitzen frei. Man beabsichtigt, es für die Sterilisierung und Konservierung von Nahrungsmitteln zu verwenden, da seine Gegenwart keine schädlichen physiologischen Wirkungen haben würde. Auch zum Reifen von Wein und Sprit, sowie für verschiedene therapeutische Zwecke läßt es sich verwerten.

Magnesiumperoxyd, enthaltend von 25—32% MgO_2 . Es läßt sich in ähnlicher Weise, wie das vorerwähnte Präparat, gebrauchen, auch zum Sterilisieren von Wasser. Nach Dr. R. von Foregger löst sich ein Tablett, enthaltend 0,1 g Magnesiumperoxyd und 0,5 g Zitronensäure, rasch in 1 l Wasser auf und sterilisiert dasselbe innerhalb einiger Minuten vollkommen.

Zinkperoxyd, enthaltend von 50—60% ZnO_2 . Es läßt sich als antiseptisches Verbandmittel verwenden.

Natriumperborat, enthaltend 100% $\text{NaBO}_3 + 4\text{H}_2\text{O}$. In Wasser aufgelöst, bildet dieses Salz Wasserstoffperoxyd. Dr. Foregger ist es gelungen, auf diesem Wege eine 50 Volumenlösung von Wasserstoffperoxyd darzustellen. Das Präparat bildet für Bleichzwecke außerordentliche Vorteile.

Der Aufsatz schließt mit dem Hinweise, daß alle diese elektrochemischen Industriezweige zu Niagara Falls durch den Kampf um ihre Existenz und die günstigen natürlichen Bedingungen ihrer Umgebung außerordentlich gefördert worden sind und deutliche Beweise für ihre Lebensfähigkeit und weitere Entwicklung ablegen. D.

Referate.

II. 14. Farbenchemie.

Verfahren zur Darstellung gelber bzw. orangegelber, besonders zur Farblackbereitung geeigneter Monoazofarbstoffe. (Nr. 161 277. Kl. 22a. Vom 27./7. 1904 ab. Badische Anilin- und Soda-Fabrik in Ludwigshafen a. Rh. Zus. z. Patente 156 352 vom 10./9. 1903; s. diese Z. 18, 192 [1905]).

Patentspruch: Abänderung in dem Verfahren des Patentes 156 352, darin bestehend, daß man an Stelle von Nitro-m-phenyldiamin bzw. Nitro-m-toluyldiamin hier die Nitro-m-phenyldiamin-sulfosäure anwendet. —

Das Resultat ist insofern überraschend, als sonst die Vermehrung der Sulfogruppen die Kombinationen für die Lackdarstellung löslich macht. Auch ist überraschend, daß die Sulfosäurekombinationen die nicht sulfonierten Farbstoffe an Leuchtechtheit noch übertreffen. In der Patentschrift ist eine größere Anzahl von Kombinationen aufgeführt, bei denen die üblichen Monoazofarbstoffkomponenten benutzt sind. Karsten.

Verfahren zur Herstellung eines zur Bereitung leuchtender Farblacke geeigneten roten Farbstoffs. (Nr. 162 117. Kl. 22a. Vom 1./3. 1904 ab. Bad. Anilin- u. Soda-Fabr. in Ludwigshafen a. Rh.)

Patentspruch: Verfahren zur Herstellung eines zur Gewinnung leuchtender Farblacke geeigneten Farbstoffs, darin bestehend, daß man die Diazoverbindung des o-Chlor-p-toluidins mit β -Naphthol-disulfosäure R kombiniert. —

Abgesehen davon, daß Kombinationen diazotierter Halogenamide mit R-Salz überhaupt noch nicht dargestellt worden sind, besitzen die Lacke gegenüber dem allein allenfalls damit vergleichbaren Ponceaurot aus Xylidin oder Cumidin mit R-Salz den Vorzug einer weit leuchtenderen roten Nuance und bedeutend größerer Leuchtechtheit, die sie in erster Linie für Tapetenfarben geeignet macht, ohne daß der Preis höher ist als bei gewöhnlichem Xylidinponceau. Karsten.

Verfahren zur Darstellung eines roten, besonders zur Bereitung von Farblacken geeigneten Monoazofarbstoffes. (Nr. 161 922. Kl. 22a. Vom 20./9. 1904 ab. Badische Anilin- und Soda-Fabrik in Ludwigshafen a. Rh. Zusatz zum Patente 160 788 vom 17./7. 1904).

Patentspruch: Abänderung in dem Verfahren des Patentes 160 788, darin bestehend, daß man die Diazoverbindung des 3, 4-Dichloranilins durch diejenige des 3, 4, 6-Trichloranilins ersetzt. —

Die Kombination des 1, 3, 4, 6-Trichloranilins mit R-Salz liefert lebhaft bläulichrote Lacke, die den Xylidinponceaulacken ähnlich sind, vor ihnen aber durch ihre außergewöhnliche Lichtechtheit und ihre Wasserunlöslichkeit ausgezeichnet sind. Die Eigenschaften scheinen auf der auch bei den Farbstoffen des Hauptpatentes vorhandenen o-Stellung zweier Chloratome zu beruhen, da der Farbstoff aus 1, 2, 4, 6-Trichloranilin orangefarbene Lacke ohne technischen Wert liefert. *Karsten.*

Verfahren zur Herstellung lichtechter roter Lacke.
(Nr. 161 424. Kl. 22f. Vom 30./3. 1904 ab.
Farbwerke vorm. Meister Lucius
& Brüning in Höchst a. M.)

Patentanspruch: Verfahren zur Herstellung lichtechter, roter Farblacke, darin bestehend, daß man die aus diazotierten Amidobasen und α -Naphtholdisulfosäure-1, 4, 8 erhältlichen Azofarbstoffe nach den Methoden der Pigmentfarbenfabrikation in Farblacke überführt. —

Die Farbstoffe besitzen im Gegensatz zu anderen aus Naphtholsulfosäuren hergestellten neben schönen Nuancen eine hervorragende Lichtechtheit und erreichen z. T. sogar die besten aus β -Naphthol hergestellten Lackfarbstoffe. Sie haben ferner den Vorzug, daß sie trotz der zwei salzbildenden Gruppen gut fällbar sind, und besitzen gegenüber den Naphtholfarbstoffen größere Wasserlöslichkeit, so daß sie nicht in Pastenform verwendet zu werden brauchen, sondern als Pulver in den Handel gebracht werden können. Die Nuancen stehen zwischen Gelbrot und Bordeaux. In der Patentschrift ist eine größere Reihe von Beispielen beschrieben. *Karsten.*

Verfahren zur Darstellung von besonders zur Farblackbereitung geeigneten Monoazofarbstoffen.
(Nr. 162 180. Kl. 22a. Vom 30./8. 1904 ab.
Kalle & Co., A.-G. in Biebrich a. Rh.)

Patentanspruch: Verfahren zur Darstellung von zur Farblackbereitung besonders geeigneten Monoazofarbstoffen, darin bestehend, daß man die Diazoverbindungen der β -Naphthylamindisulfosäure (6, 8), der β -Naphthylamindisulfosäure (5, 7) oder der β -Naphthylamintrisulfosäure (3, 6, 8) mit β -Naphtholdisulfosäure R kombiniert. —

Die erhaltenen blauroten Lacke sind sehr wasserecht und überraschenderweise lichtechter als die aus den entsprechenden β -Naphtholfarbstoffen.

Karsten.

Verfahren zur Darstellung von beizenfärbenden Monoazofarbstoffen. (Nr. 162 069. Kl. 22a.
Vom 30./9. 1903 ab. Leopold Cassella
& Co., G. m. b. H. in Frankfurt a. M.)

Patentanspruch: Verfahren zur Darstellung von beizenfärbenden Monoazofarbstoffen, darin bestehend, daß die Diazoverbindung des p-Acetamido-o-amidophenols kombiniert wird mit Sulfo-derivaten der Amidonaphtole oder Dioxynaphtaline, insbesondere 1, 8-Amidonaphtol-4-sulfosäure, 1, 8-Amidonaphtol-5-sulfosäure, 2, 3-Amidonaphtol-6-sulfosäure, 2, 6-Amidonaphtol-8-sulfosäure, 2, 5-Amidonaphtol-7-sulfosäure, 1, 8-Amidonaphtol-3, 6-disulfosäure, 1, 8-Amidonaphtol-2, 4-disulfosäure, 1, 8-Dioxynaphtalin-4-sulfosäure, 1, 8-Dioxynaphtalin-3, 6-disulfosäure. —

Von den analogen Farbstoffen aus der Sulfo-

säure des p-Acetamido-o-amidophenols (Patent 149 106 und dessen Zusätze) unterscheiden sich die vorliegenden Farbstoffe durch ein noch besseres Egalisierungsvermögen und noch höhere Echtheit. Gegenüber Farbstoffen aus anderen nicht sulfonierten parasubstituierten o-Amidophenolen, insbesondere o-Amido-p-kresol, besitzen die Farbstoffe eine grünlichere Nuance, eine wesentlich bessere Löslichkeit, ein hervorragendes Egalisierungsvermögen und größere Lichtechtheit. Die Farbstoffe färben Wolle direkt rot bis blauviolett. Beim Nachchromieren erhält man je nach den Komponenten dunkelblaue, schwarzviolette, schwarzblaue und schwarze Töne. *Karsten.*

Verfahren zur Darstellung von o-Oxyazofarbstoffen.
(Nr. 162 009. Kl. 22a. Vom 27./3. 1904 ab.
Badische Anilin- und Soda-Fabrik in Ludwigshafen a. Rh. Zusatz zum
Patente 160 536 vom 8./1. 1904.

Patentanspruch: Abänderung in dem Verfahren des Patentes 160 536, betreffend ein Verfahren zur Darstellung von o-Oxyazofarbstoffen, darin bestehend, daß man an Stelle von Chlor bzw. Hypochloriten hier Wasserstoffsuperoxyd, Superoxyde der Alkalien und Erdalkalien sowie Persulfate zur Anwendung bringt. —

Das Verfahren gestattet ebenso wie das des Hauptpatentes, in den Diazoverbindungen der Mono- und Polysulfo- oder Chlorderivate der 1-Naphthylamin-2-sulfosäure und der 2-Naphthylamin-1-sulfosäure die Sulfo-Gruppe glatt gegen Hydroxyl auszutauschen, indem man die Oxydationsmittel in Gegenwart Mineralsäurebindender Mittel oder auf die aus den Diazoverbindungen mit Mineralsäurebindenden Mitteln entstehenden Diazosulfonsäuren einwirken läßt. *Karsten.*

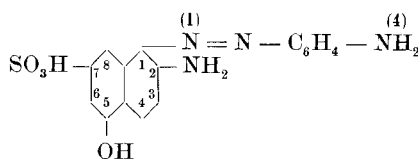
Verfahren zur Darstellung gelber Disazofarbstoffe für Wolle. (Nr. 160 674. Kl. 22a. Vom 10./5. 1904 ab. Farbenfabriken vorm. Friedr. Bayer & Co. in Elberfeld.)

Patentanspruch: Verfahren zur Darstellung gelber Disazofarbstoffe für Wolle, darin bestehend, daß man die Tetrazoverbindungen der Benzidin- bzw. Tolidin-m-disulfosäure mit 2 Mol. Methylketol (α -Methylindol) oder in beliebiger Reihenfolge mit 1 Mol. Methylketol und 1 Mol. 1-Phenyl-3-methyl-5-pyrazolon kuppelt. —

Die Farbstoffe besitzen die technisch äußerst wichtige Eigenschaft, bereits in direkter Färbung gegen weiße Wolle und gegen weiße Baumwolle walkecht zu sein. *Karsten.*

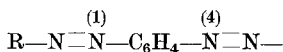
Verfahren zur Darstellung von Polyazofarbstoffen.
(Nr. 161 720. Kl. 22a. Vom 29./11. 1903 ab.
Kalle & Co., A.-G. in Biebrich a. Rh.)

Patentanspruch: Verfahren zur Herstellung von Polyazofarbstoffen, darin bestehend, daß man auf den Farbstoff



in Gegenwart von Alkalien die Zwischenprodukte

folgender allgemeiner Zusammensetzung einwirken läßt:



wobei R den Rest eines Phenols, Amins oder Diamins bedeutet. —

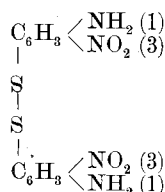
Die Farbstoffe liefern auf der Faser mit β -Naphthol entwickelt sehr klare blaue Nuancen von hervorragender Echtheit. Näher beschrieben ist die Kombination, die mittels des verseiften und diazotierten Farbstoffes aus diazotiertem Acet-p-phenylendiamin und 2, 6-naphtolsulfosaurem Natrium erhalten wird, ferner der Farbstoff, der statt der 2, 6-Naphtolsulfosäure die Cleve'sche Naphtylaminsulfosäure enthält und direkt blauschwarz färbt, mit β -Naphthol entwickelt dagegen grünblaue Nuancen ergibt, während der Farbstoff mit m-Toluylendiamin direkt schwarz, mit β -Naphthol entwickelt violettblau lärbt. Die Entwicklungen mit Toluylendiamin ergeben sehr echte tiefschwarze Töne. Karsten.

Verfahren zur Darstellung von Sulfinazofarbstoffen.

(Nr. 161 462. Kl. 22a. Vom 7./11. 1903 ab. Gesellschaft für Chemische Industrie in Basel in Basel.)

Patentanspruch: Verfahren zur Darstellung von Sulfinazofarbstoffen, darin bestehend, daß tetrazotiertes Diamidodinitrodiphenylsulfid mit Azofarbstoffkomponenten gekuppelt wird. —

Das Diamidodinitrodiphenylsulfid von der Formel



wird durch Kondensation von 1, 3, 4-Dinitrochlorbenzol und Rhodankalium und nachfolgende Reduktion erhalten. Die Azofarbstoffe sind dadurch gekennzeichnet, daß die Schwefelatome durch alkalische Reduktionsmittel in Sulfohydratgruppen übergeführt werden, so daß auch die Farbstoffe, die keine Sulfogruppen oder Carboxylgruppen enthalten, mit Schwefelalkali in Lösung gebracht werden können. Diese Lösung färbt ungebeizte Baumwolle aus salzhaltigem Bade nach Art der Schwefelfarbstoffe. Durch die Oxydationswirkung der Luft, von luftthaltigem Wasserdampf oder durch Behandlung mit Oxydationsmitteln oder Metallsalzen gehen die Farbstoffe wieder in unlösliche Disulfide oder Metallmerkaptide über, so daß sehr waschechte Färbungen erhalten werden können. Auch können die Farbstoffe nach Art des p-Nitranilinrots auf der Faser erzeugt oder behufs Herstellung von Lacken auf Pigmente niedergeschlagen werden. Die wasser- und alkalilöslichen Farbstoffe färben Wolle und Seide aus saurem Bade. Die neue Farbstoffgruppe gestattet die Herstellung solcher Nuancen, die mittels der bisherigen Schwefelfarbstoffe nicht oder nur unvollkommen hergestellt werden konnten, nämlich der Nuancen von Gelb über Orange und Rot nach Violett. In der Patentschrift ist eine große Anzahl von Kombinationen näher beschrieben. Karsten.

Verfahren zur Darstellung von orangegelben bis orangefarbenen basischen Farbstoffen. (Nr. 161 699. Kl. 22b. Vom 4./9. 1904 ab. Anilinfarben- und Extrakt-Fabriken vorm. Joh. Rud. Geigy in Basel. Zusatz zum Patente 149 409 vom 10./3. 1903. S. diese Z. 17, 596 [1904].)

Patentanspruch: Weitere Ausbildung des durch Patent 149 409 geschützten Verfahrens zur Darstellung basischer Farbstoffe, darin bestehend, daß, zwecks Darstellung von orangegelben bis orangefarbenen Farbstoffen, Formylverbindungen aromatischer m-Diamine statt für sich allein oder mit primären m-Diaminen mit alkylierten m-Diaminen oder alkylierten m-Amidophenolen unter Zusatz von Ammoniumsalzen oder Salzen von Aminbasen bei höheren Temperaturen verschmolzen werden. —

Die Reaktionstemperatur liegt wie bei dem Verfahren des Hauptpatentes zwischen 150 und 250°, und zwar bei Verwendung von Ammoniumsalzen oberhalb, bei der von Aminsalzen unterhalb 200°. Bei Anwendung von Glycerin als Verdünnungsmittel muß die Schmelze umgelöst werden, sonst kann sie direkt als Handelsprodukt dienen. Die Farbstoffe färben tannierte Baumwolle und Leder. Das Verhältnis von Formylverbindungen zu Base kann wechseln, am günstigsten scheint 1 Mol. Formylverbindung auf 1—2 Mol. Base zu sein. Karsten.

Verfahren zur Darstellung eines zur Überführung in Erythrooxyanthrachinon geeigneten Zwischenproduktes. (Nr. 161 954. Kl. 12g. Vom 19./3. 1904 ab. Farbenfabriken vorm. Friedr. Bayer & Co. in Elberfeld.)

Patentanspruch: Verfahren zur Darstellung eines zur Überführung in Erythrooxyanthrachinon geeigneten Zwischenproduktes, darin bestehend, daß man Anthrachinon in schwefelsaurer Lösung mit salpetriger Säure unter Zusatz von Quecksilber oder dessen Salzen mit oder ohne Zusatz von Borsäure, Arsensäure oder Phosphorsäure so lange erhitzt, bis das Reaktionsgemisch nahezu wasserlöslich geworden ist. —

Das Zwischenprodukt, das auch bei den Verfahren nach Patent 81 245 und 153 129 entsteht und als Sulfat des 1-Oxy-4-diazoanthrachinons aufzufassen ist, geht unter Einwirkung von konz. Schwefelsäure bei 180° in Chinizarin über, während es beim Erwärmen mit Alkohol sehr reines Erythrooxyanthrachinon bildet. Um eine Bildung von Chinizarin zu vermeiden, läßt man die Reaktion nicht wesentlich über 150—160° steigen. Die Bildung des Zwischenproduktes beginnt bereits bei 110—120°. Man kann so fast die gesamte Menge des Anthrachinons in das Zwischenprodukt überführen. Karsten.

Verfahren zur Darstellung von Amidooxyanthrachinonsulfosäuren. (Nr. 161 035. Kl. 22b. Vom 29./3. 1904 ab. Farbenfabriken vorm. Friedr. Bayer & Co. in Elberfeld.)

Patentanspruch: Verfahren zur Darstellung von heteronuklearen Sulfosäuren des p-Amidooxyanthrachinons bzw. der p-Alkylamidooxyanthrachinone, darin bestehend, daß man p-Amidooxyanthrachinon bzw. p-Alkylamidooxyanthrachinone bei

Gegenwart von Borsäure mit Sulfierungsmitteln behandelt. —

Bei der vorliegenden Sulfonierung der Borsäureäther bzw. bei Gegenwart von Borsäure tritt die Sulfogruppe in den nicht substituierten Benzolkern, während sie ohne diese Maßregel in den bereits substituierten Kern eintritt. Die erhaltenen Produkte entsprechen denen, die nach Patent 155 440 durch Oxydation aus 1, 6-Amidoanthrachinon-sulfosäure erhalten werden. Die Produkte sind sowohl selbst Farbstoffe, wie auch als Ausgangsmaterialien für Farbstoffe verwendbar. *Karsten.*

Verfahren zur Darstellung von Azofarbstoffen aus Amidoanthrachinonsulfosäuren. (Nr. 161 151. Kl. 22a. Vom 30./5. 1903 ab. Farbenfabriken vorm. Friedr. Bayer & Co. in Elberfeld.)

Patentanspruch: Verfahren zur Darstellung neuer Azofarbstoffe, darin bestehend, daß man diazotierte Amidoanthrachinonsulfosäuren mit Naphtol-sulfosäuren kuppelt. —

Die erhaltenen Farbstoffe färben Wolle gelbrot bis blaurot und liefern mit den üblichen lackbildenden Agenzien sehr leuchtende und schöne Lacke, beispielsweise gelbstichigrote bis blaurote Tonerdebarytlacke. Näher beschrieben ist die Darstellung der Farbstoffe aus 1-Amidoanthrachinon-2-sulfosäure und 2-Naphtol-3, 6-disulfosäure, 1-Amidoanthrachinon-6-sulfosäure und 1-Naphtol-3, 6-disulfosäure, 1, 5-Diamidoanthrachinon-2, 6-disulfosäure und 2-Naphtol-3, 6-disulfosäure. Außerdem ist noch eine Anzahl ähnlicher Kombinationen genannt. *Karsten.*

Verfahren zur Darstellung blauer bis grüner Farbstoffe der Anthracenreihe. (Nr. 159 129. Kl. 22b. Vom 13./3. 1901 ab. Farbenfabriken vorm. Friedr. Bayer & Co. in Elberfeld. Zusatz zum Patente 107 730 vom 21./10. 1898.)

Patentanspruch: Weitere Ausbildung des durch das Patent 107 730 geschützten Verfahrens zur Darstellung von Farbstoffen der Anthracenreihe, darin bestehend, daß man die in der englischen Patentschrift 22 583 vom Jahre 1901 beschriebenen Halogenderivate sekundärer Alkylamidoanthrachinone oder deren Sulfosäuren mit primären aromatischen Aminen kondensiert. —

Die erhaltenen Farbstoffe färben Wolle im sauren Bade blau bis grün, und zwar in grüneren Nuancen und besser egalisierend als die entsprechenden nicht alkylierten Farbstoffe. Gegenüber der Kondensation halogenisierter Dialkylamidoanthrachinone (Patent 139 581), die zu denselben Farbstoffen führt, hat das Verfahren den Vorteil, daß keine Abspaltung von Alkylgruppen eintritt, und die Kondensation daher glatter und einheitlicher verläuft. Näher beschrieben ist die Kondensation von p-Brommethylanidoanthrachinon, Methylamido-4-brom- β -methylanthrachinon, Dibrom-1, 5-dimethyldiamidoanthrachinon, Brom- α -methylanidoanthrachinonsulfosäure mit verschiedenen Aminen. *Karsten.*

Verfahren zur Darstellung eines Küpenfarbstoffs der Anthracenreihe. (Nr. 161 923. Kl. 22b. Vom 1./6. 1904 ab. Farbenfabriken vorm. Friedr. Bayer & Co. in Elberfeld.)

Patentanspruch: Verfahren zur Darstellung eines Küpenfarbstoffes der Anthracenreihe, darin bestehend, daß man auf α -Amidoanthrachinon bei hohen Temperaturen Halogene einwirken läßt. —

Während bei niedrigerer Temperatur Halogenamidoanthrachinone entstehen (Patente 104 901, 115 048, 126 603), bildet sich bei Temperaturen von 200° und darüber der vorliegende Farbstoff, der ungebeizte Baumwolle in der Küpe in echten blauen Nuancen färbt. Die Einwirkung der Halogene kann in Gegenwart von Verdünnungsmitteln erfolgen. Das Produkt ist identisch mit dem nach Patent 158 287 aus 1-Amido-2-bromanthrachinon erhaltlichen. *Karsten.*

Verfahren zur Darstellung von beständigen Chlorderivaten des Indigos. (Nr. 160 817. Kl. 22e. Vom 24./2. 1904 ab. Badische Anilin- und Soda-Fabrik in Ludwigshafen a. Rh.)

Patentanspruch: Verfahren zur Darstellung beständiger Chlorderivate des Indigos sowie seiner Homologen, dadurch gekennzeichnet, daß man Chlor oder chlorentwickelnde Substanzen auf Indigo oder seine Homologen bei Abwesenheit von Wasser und in Gegenwart der Halogenverbindungen des Phosphors und Schwefels sowie bei An- oder Abwesenheit von Chlorüberträgern einwirken läßt. —

Die Chlorierung erfolgt unter den angegebenen Bedingungen im Benzolkern, was bisher bei Abwesenheit von Wasser nicht möglich war. Vielmehr bildete sich bei Einwirkung von Chlor auf trockenen Indigo nach Patent 139 838 ein Produkt, das beim Umküpen oder Auskochen mit Natronlauge das Chlor verliert, und bei der Chlorierung in indifferenten Lösungsmitteln bildeten sich chlorhaltige Zersetzungsprodukte, die sich beim Auskochen mit Natronlauge lösen, wobei chlorfreier Indigo zurückbleibt. *Karsten.*

Verfahren zur Darstellung von bromiertem Indigo.

(Nr. 161 463. Kl. 22e. Vom 8./6. 1902 ab. Farberwerke vorm. Meister Lucius & Brüning in Höchst a. M. Zusatz zum Patente 149 989 vom 29./5. 1902. S. diese Z. 17, 789 [1904].)

Patentanspruch: Abänderung des Verfahrens des Patentes 149 989, darin bestehend, daß man an Stelle von konzentrierten Halogenwasserstoffsäuren verdünntere Halogenwasserstoffsäuren verwendet mit der Maßgabe, daß man bei zunehmender Verdünnung der Säure deren Menge verringert, um die Bildung von Bromisatin nach Möglichkeit einzuschränken. —

Auch bei den vorliegend verwendeten verdünnteren Säuren gelingt die Bromierung in Gegenwart von Wasser im Gegensatz zu früheren Angaben der Literatur, nur muß die Menge der Säure genügend verringert werden. *Karsten.*

Verfahren zur Darstellung von rötlichen Schwefelfarbstoffen. (Nr. 161 516. Kl. 22d. Vom 5./5. 1903 ab. Anilinfarben- & Extraktfabriken vorm. Joh. Rud. Geigy in Basel.)

Patentanspruch: Verfahren zur Darstellung von rötlichen Schwefelfarbstoffen, darin bestehend, daß Resorcin mit Dimethylanilin oder Dimethylorthotolidin und Schwefel bei höherer Temperatur verschmolzen wird. —

Die Farbstoffe haben rote bis korinthfarbene Nuancen und sind zwar für sich allein nicht besonders ansehnlich, besitzen aber Wert zum Nuancieren von Schwefelfarbstoffen nach Rot; an solchen Tönen hat es bisher unter den Schwefelfarbstoffen gefehlt. Die roten Farbstoffe bilden sich als Zwischenprodukte, sowie beim Schmelzen mit wenig Schwefel. Ihre Walkechtheit ist noch ungenügend, während die höher geschwefelten korinthfarbenen Farbstoffe ausreichend walkecht sind.

Karsten.

Verfahren zur Darstellung eines ungebeizte Baumwolle klar gelb färbenden Schwefelfarbstoffes. (Nr. 161 515. Kl. 22d. Vom 25./2. 1903 ab. Farbwerke vorm. Meister Lucius & Brüning in Höchst a. M.)

Patentanspruch: Verfahren zur Darstellung eines in Schwefelnatriumlösung mit gelber Farbe löslichen und aus dieser Lösung ungebeizte Baumwolle klar gelbfärbenden Schwefelfarbstoffes, darin bestehend, daß man Monoacet-1:2:4-triamidobenzol mit Schwefel über den Schmelzpunkt dieser beiden Körper erhitzt. —

1 T. der Base wird mit 2 T. Schwefel im Ölbad langsam bis 250° erhitzt und bei dieser Temperatur erhalten, bis die Schmelze nach etwa 3 Stunden fest geworden ist. Die erhaltenen Färbungen sind durch Reinheit der Nuance und Echtheit ausgezeichnet. Das Mengenverhältnis und die Temperatur können auch anders gewählt werden.

Karsten.

Verfahren zur Darstellung grüner Schwefelfarbstoffe. (Nr. 162 156. Kl. 22d. Vom 25./5. 1904 ab. Chemische Fabrik vorm. Sandoz in Basel.)

Patentanspruch: Verfahren zur Darstellung grüner Schwefelfarbstoffe, darin bestehend, daß man 1-Phenol- bzw. Tolylamido-4-p-oxy-phenylamidonaphthalinmonosulfosäuren mit Polysulfiden in oder ohne Gegenwart von Kupfer oder Kupfersalzen erhitzt. —

Die Bildung grüner Farbstoffe steht im Gegensatz zu der von blauen bis schwarzen Farbstoffen aus p-Oxyphenyl-1-amido-4-nitronaphthalinsulfosäure (Patent 123 922). Beim Zusatz von Kupfer oder Kupfersalzen erhält man gelbgrüne Nuancen von bisher bei Schwefelfarbstoffen unerreichter Reinheit. Die Färbungen sind durch eine vorzügliche Lichtbeständigkeit und sehr gute Waschechtheit ausgezeichnet.

Karsten.

Verfahren zur Herstellung blauer Schwefelfarbstoffe. (Nr. 161 665. Kl. 22d. Vom 20./8. 1902 ab. Farbwerke vorm. Meister Lucius & Brüning in Höchst a. M.)

Patentansprüche: 1. Verfahren zur Herstellung blauer Schwefelfarbstoffe, darin bestehend, daß man Dialkyl-p-amido-p₁-oxy-m₁-m₁-dichlordiphenylamin mit Schwefel und Schwefelalkali mit oder ohne Zusatz eines Lösungsmittels auf Temperaturen von etwa 90° und darüber erhitzt.

2. Ausführungsform des durch Anspruch 1 geschützten Verfahrens, darin bestehend, daß man Phenol in alkalischer Lösung mittels unterchlorigsaurer Salze in o-o-Dichlorphenol überführt, dieses mit Dialkyl-p-phenylendiamin in derselben Lauge zusammen mittels unterchlorigsaurer Salze oder anderer Oxydationsmittel weiter oxydiert, die so entstandenen gechlorten Indophenole mit Schwefelnatrium reduziert und mit Alkalipolysulfid gemäß Anspruch 1 erhitzt. —

Die Schwefelschmelze verläuft außerordentlich leicht und liefert in glatter Weise klar blaue Farbstoffe, die überraschenderweise chlorfrei sind, so daß der glatte Verlauf der Reaktion anscheinend auf der leichten Austauschbarkeit der Chloratome beruht. Gegenüber dem Schwefelfarbstoff aus dem einfach chlorierten Körper nach dem französischen Patent 303 524 ist der Farbstoff durch größere Ausgiebigkeit und rötliche Nuance ausgezeichnet, abgesehen davon, daß aus dem Verhalten der Monochlororderivate auf die bisher noch nicht ähnlich behandelten Dichlororderivate kein Schluß gezogen werden kann. Das Ausgangsmaterial erhält man durch gemeinsame Oxydation von Dialkyl-p-phenylendiamin mit o-o-Dichlorphenol und Reduktion des entstandenen dichlorierten Indophenols. Nach Anspruch 2 kann diese Operation mit der Schwefelschmelze vereinigt werden.

Karsten.

Verfahren zur Darstellung substantiver brauner schwefelhaltiger Farbstoffe. (Nr. 162 227. Kl. 22d. Vom 29./10. 1901 ab. Kalle & Co. A.-G. in Biebrich a. Rh. Zusatz zum Patente 157 540 vom 6./10. 1901; s. diese Z. 18, 433.)

Patentanspruch: Abänderung des durch Patent 157 540 geschützten Verfahrens zur Darstellung substantiver brauner schwefelhaltiger Farbstoffe, darin bestehend, daß man an Stelle von Triamidotoluol bzw. von Monoazofarbstoffen aus diazotierten flüchtigen Aminen der Benzolreihe und m-Toluyldiamin die durch Einwirkung von salpetriger Säure auf m-Toluyldiamin erhältlichen Farbstoffe mit Schwefel und Schwefelnatrium bei höherer Temperatur verschmilzt. —

Die nach dem vorliegenden Verfahren aus den als Bismarckbraun bekannten Farbstoffen erhaltenen Schwefelfarbstoffe färben Baumwolle in gelbbrauner Nuance von guter Wasch- und Seifenechtheit und bemerkenswerter Lichtecktheit. Karsten.

Wirtschaftlich-gewerblicher Teil.

Tagesgeschichtliche und Handelsrundschau.

Neu-York. Die Bromindustrie in den Vereinigten Staaten von Amerika. In Hinsicht auf den zwischen den Fabrikanten von Bromsalzen in Deutschland und Amerika ausgebrochenen Bromkrieg, über welchen bereits früher in dieser Zeit-

schrift berichtet worden ist, dürfte der nachstehende Auszug aus dem Bericht des U. S. Geological Survey über die Entwicklung dieses Industriezweiges während des vergangenen Jahres von Interesse sein.

Die Produktion von amerikanischem Brom ist in den letzten 25 Jahren großen Schwankungen unterworfen gewesen. Im Jahre 1880 belief sie sich