Zeitschrift: Schweizerische Polytechnische Zeitschrift

Band: 6 (1861)

Heft: 3

Rubrik: Chemisch-technische Mittheilungen

Nutzungsbedingungen

Die ETH-Bibliothek ist die Anbieterin der digitalisierten Zeitschriften auf E-Periodica. Sie besitzt keine Urheberrechte an den Zeitschriften und ist nicht verantwortlich für deren Inhalte. Die Rechte liegen in der Regel bei den Herausgebern beziehungsweise den externen Rechteinhabern. Das Veröffentlichen von Bildern in Print- und Online-Publikationen sowie auf Social Media-Kanälen oder Webseiten ist nur mit vorheriger Genehmigung der Rechteinhaber erlaubt. Mehr erfahren

Conditions d'utilisation

L'ETH Library est le fournisseur des revues numérisées. Elle ne détient aucun droit d'auteur sur les revues et n'est pas responsable de leur contenu. En règle générale, les droits sont détenus par les éditeurs ou les détenteurs de droits externes. La reproduction d'images dans des publications imprimées ou en ligne ainsi que sur des canaux de médias sociaux ou des sites web n'est autorisée qu'avec l'accord préalable des détenteurs des droits. En savoir plus

Terms of use

The ETH Library is the provider of the digitised journals. It does not own any copyrights to the journals and is not responsible for their content. The rights usually lie with the publishers or the external rights holders. Publishing images in print and online publications, as well as on social media channels or websites, is only permitted with the prior consent of the rights holders. Find out more

Download PDF: 01.11.2025

ETH-Bibliothek Zürich, E-Periodica, https://www.e-periodica.ch

Chemisch-technische Mittheilungen.

Aus dem technischen Laboratorium des schweizerischen Polytechnikums').

I. Ueber den Farbstoff des Sanddornes (Hypophaearhamnoides). — Ich wurde von meinem Collegen, Herrn Prof. O. Heer, auf den Farbreichthum der Beeren, des in der Schweiz, namentlich an den sandigen und kiesigen Ufern der Gebirgswasser, häufig vorkommenden Sanddornes aufmerksam gemacht. Durch die Güte des Directors der Linthcolonie, Herrn Tschudi, erhielt ich eine zur genauern Untersuchung ausreichende Menge der Beeren.

Es wurden 20 Pfund der frischen Beeren ausgepresst. Der abfliessende Sast war trüb orangesarben und sehr sauer. Der Pressrückstand wurde mehrere Male mit heissem Wasser ausgekocht und die Flüssigkeiten mit dem anfangs abgelaufenen Safte vereinigt. Nach einiger Zeit schied sich in der erkalteten Masse ein orangegelber Niederschlag (a) aus. Die von demselben durch Filtration getrennte Flüssigkeit (b) wurde mit Bleizuckerlösung versetzt. Der entstandene weissliche, flockig-molkige Niederschlag wurde gesammelt ausgewaschen, in Wasser vertheilt, durch eingeleitetes Schwefelwasserstoffgas zersetzt, mit dem entstandenen Schwefelblei zum Kochen erhitzt, von diesem abfiltrirt und zur Syrupconsistenz eingedampft. Die erhaltene dickliche Masse bestand zum kleinern Theil aus Kleesäure, zum grössern aus Aepfelsäure. Die Beeren scheinen sehr reich an letzterer zu sein. Der Niederschlag (a), welcher sich von selbst abgesetzt hatte, wurde getrocknet, und mit Aetheralkohol behandelt. Die Lösung war stark orangebraun gefärbt, es wurde der Aetheralkohol abdestillirt, der Rückstand, längere Zeit auf dem Dampfbade erhalten, blieb immer syrupartig. Er wurde in Aetheralkohol gelöst und mit Thierkohle digerirt. Nach dem Filtriren wurde eine nur blassgelbliche Flüssigkeit erhalten, die eine strohgelbe ölartig fliessende fette Substanz zurückliess. Beim Stehen in einer Temperatur von etwa 2°-5° C. schieden sich kleine Körnehen von fettiger Beschaffenheit aus.

In einem Reagirzylinder erhitzt, entwickelte sich aus einer kleinen Menge dieses Oeles ein deutlicher Acroleingeruch, das Oel war mit Natronlauge leicht zu verseifen. Es wurde die Untersuchung dieser fettigen Substanz nicht weiter verfolgt. Sie hat für die Abscheidung des Farbestoffs, der der Zweck der Untersuchung war, nur das Interesse, dass die Erfahrung gemacht wurde, dass sie schwer gänzlich von dem Farbstoff zu trennen ist. Desshalb wurde die Abscheidung des Pigmentes aus der Thierkohle aufgegeben, und dasselbe in Auszügen aufgesucht, die nicht so viel Fett enthalten konnten.

Polyt. Zeitschrift. Bd. VI.

Bei Wiedervornahme der Untersuchung würde ich — was ich, weil der Vorrath aufgebraucht war, nicht constatiren kann — fürs Beste halten: nicht zu pressen, damit die Samen nicht zerdrückt werden, sondern zuerst die Beeren mit heissem Wasser auszukochen, um die Säure zu entfernen, den Rückstand gut zu trocknen und mit Alkohol zu behandeln. Auf eine Eigenthumlichkeit dieses Fettes wurde ich aufmerksam: die damit imprägnirten gelben Filterpapiere zeigten einen dem Palmöl sehr ähnlichen veilchenartigen Geruch, und wie beim Palmöl wirkte das Licht bleichend ein.

Der Pressrückstand enthielt noch die sehr farbstoffreichen Hülsen der Beeren. Er wurde auf dem Dampsbade gut getrocknet dann mit heissem Alkohol ausgezogen und die Lösung heiss filtrirt. Auch dieses Extract (c) setzte nach dem Erkalten ein bräunlichgelbes Pulver (d) ab. Es zeigte sich, dass dieser Niederschlag ebenfalls nicht unbeträchtlich sette Materie, ausserdem schleimige Substanzen enthielt. Der Farbstoff konnte daraus zwar rein, jedoch nur in geringer Menge ausgeschieden werden. Die Hauptmasse des Farbstoffs aber war in der alkoholischen Lösung (c) enthalten.

Diese alkoholische Lösung wurde mit Bleiessig versetzt, der Niederschlag wurde gesammelt, ausgewaschen, in Wasser vertheilt mit Schweselwasserstoff zerlegt, und das Ganze erhitzt, und nach dem Wiedererkalten filtrirt. Der Schweselbleiniederschlag wurde mit Wasser ausgewaschen und getrocknet. Aus diesem Niederschlag wurde der Farbstoff mit heissem Alkohol ausgezogen, und die Lösung, zur Trockne gebracht.

Der Rückstand war braunroth spröde, und zeigte sonach wenig Spuren des Fettes. Derselbe wurde mit absolutem Aether digerirt, der Aether färbte sich wenig und nahm überhaupt wenig daraus auf. In möglichst wenig Alkohol gelöst and zum Verdunsten unter die Glocke der Luftpumpe gestellt, schieden sich zuerst schwefelgelbe Häutchen aus, die gesammelt wurden, weil man beobachtete, dass die spätern Ausscheidungen trüber, bräunlicher waren, und dass die Flüssigkeit eine flockige Masse ausschied. Die ersten reinen gelben Ausscheidungen wurden in absolutem Alkohol gelöst. Die Lösung wurde in zwei Hälsten getheilt. Die eine derselben wurde mit Wasser versetzt und der gelbliche voluminöse Niederschlag gesammelt. Die andere wurde zum Verdunsten unter den Lustpumpenrezipienten gestellt und die ausgeschiedenen gelblichen Häute beseitigt. In dem Niederschlag, der durch Wasserzusatz entstand, waren kleine verworrene Krystallnadeln zu erkennen; die beim Verdunsten des Alkohols ausgeschiedenen Haute zeigten besser augebildete Kryställchen.

Beide gelbe Ausscheidungen lieferten in alkoholischer Lösung mit Bleizuckerlösung einen fast orangefarbenen

^{*)} Die mit * bezeichneten Arbeiten sind entweder unter Mitwirkung des Assistenten Dr Schultz ausgeführt, oder ihm vom Vorstand des Laboratoriums ganz zugewiesen worden.

Niederschlag. Sie wurden langere Zeit bei 100-110° C. getrocknet und der Elementaranalyse unterworfen. Es gab der mit Wasser erzeugte Niederschlag I. folgende Resultate:

Der auskrystallisirte Theil II folgende:

0,2915 Substanz 0,652 Kohlensaure und 0,092 Wasser.

Daraus berechnet sich:

Die von Rigaud für das Quercetin angenommene Formel C₂₃ H₉ O₁₁ verlangt:

$$C = 59.75 \text{ und } H = 3.73$$

Es ist nicht der geringste Zweifel, dass der Farbstoff der Sanddornbeeren mit Quercetin identisch ist. Die Zusammensetzung, Krystallform, Löslichkeitsverhältnisse und Reactionen bezeugen das übereinstimmend.

Ich bin während dieser Untersuchung nirgends auf die Spur des Quercitrin gestossen. Das Vorkommen fertigen Quercetins im Pflanzenreich wäre hiemit im zweiten Falle constatirt. Es kann diess in einem Pflanzentheil, in dem so viel Säure angehäuft ist, weniger überraschen.

Ob die Sanddornbeeren ähnlich den Kreutzbeeren (jedenfalls nur nach Abstumpfung der freien Säure) zu Zwecken der Färberei oder des Zeugdrucks tauglich sein werden, muss spätern Versuchen überlassen bleiben, zu solchen reichte mein Material nicht aus. (By.)

II. Vorläufige Notiz über den Farbstoff des Orlean. - Herr J. Piccard hat in meinem Laboratorium auf meinen Wunsch eine Arbeit über den Farbstoff des Orlean vorgenommen. Die Resultate, die er bis jetzt gewonnen hat, bestehen darin, dass das bis jetzt für rein gehaltene rothe Pigment, das Bixin, wie aus dessen Darstellung und Zusammensetzung geschlossen werden darf, schwerlich frei von einigen dasselbe hartnackig begleitenden Materien ist; ferner in der Auffindung eines Weges, um das reine Pigment darzustellen. Es ist diese Arbeit für einige Zeit unterbrochen worden; die Ergänzung derselben, welche hauptsächlich in Wiederholung der Elementaranalysen der ausgeschiedenen Stoffe und einiger ihrer Verbindungen bestehen muss, wird bald erfolgen. Nicht nur weil ich die Ergebnisse der Untersuchung, die nachfolgend ihren Hauptzügen nach zusammengestellt sind, für erheblich genug halte, sondern auch weil ich weiss, dass der Orlean-Farbstoff gegenwärtig gerade von andern Chemikern untersucht wird, bin ich zu Mittheilung derselben veranlasst.

Die neueste und vollständigste Untersuchung über den Orlean ist die von Kerndt.*)

Er behandelt den Orlean mit Wasser, das allmälig einen gelben Farbstoff, das "Orellin", auszieht, von wel-

chem er dahingestellt sein lässt, ob es sich nicht durch Luftberührung aus dem rothen Farbstoff bilde. Der Rückstand wird getrocknet, mit Weingeist ausgekocht, die Lösung abgedampst, der Rückstand mit Aether ausgezogen, der Aether verdunstet. Durch Lösen des Rückstandes der ätherischen Lösung in wenig Weingeist und Aussetzen dieser Lösung in starker Winterkälte sollen sich "Unreinigkeiten« absetzen. Die weingeistige Lösung wird mit Essigsäure gefällt und der weiche Niederschlag bei gelinder Wärme (?) getroknet; es ist das Bixin eine rothe amorphe Masse, löslich in Weingeist und Aether.

Herr Piccard verarbeitete Cayenne-Orleans und begann ebenfalls mit Darstellung eines wässerigen Extractes. Dasselbe war anfangs braungelb, bei längerer Behandlung wurde es blassgelb. Der Gehalt dieser Lösung an Farbstoff ist gering. Die Flüssigkeit enthält neben Farbstoff fette Substanzen, die beim Eindampfen, wobei sich ein buttersäureähnlicher Geruch entwickelt, beim Versetzen mit Salzsäure, wobei eine schmutzig weisse fettige Färbung erfolgt, und durch Versetzen mit Bleizuckerlösung, wodurch ein trübgelber schmieriger Niederschlag entsteht, erkennbar werden. Der Rückstand des Extracts entwickelt beim Einäschern fettig riechende Dämpfe und hinterlässt viel Asche, die überwiegend aus kohlensaurem Kali besteht. Der rothe Farbstoff, den wir unten betrachten werden, löst sich in Wasser äusserst wenig; dagegen mehr, und mit gelber Farbe, in Gegenwart von Seiselösung oder eines alkalischen Salzes. Es ist nicht unwahrscheinlich, dass die gelbe Lösung auf die Weise entsteht, dass das Alkalisalz (zum Theil fettsaures) auf den rothen Farbstoff einwirkt; dieser Sache wurde indess, weil eine so geringe Menge Farbstoff gewonnen worden, nicht weiter nachgegangen.

Der Rückstand wurde bei einer ersten Quantität von 200 Gramm nach dem Trocknen mit Aether extractirt; bei einem andern Versuch, da man erkannt hatte, dass im ätherischen Auszug die Reindarstellung des Farbstoffs erschwert werde, liess man nach dem Wasser Alkohol als Extractionsmittel folgen. Der erstere Weg führte indess zur Abscheidung eines Körpers, der genannt zu werden verdient, weil es wahrscheinlich ist, dass es derselbe sei, den man früher für den reinen Farbstoff hielt. Die ätherische Lösung wurde concentrirt und setzte beim Erkalten eine schmierige braune Masse ab, die nach dem Trocknen in Sodalösung aufgenommen und heiss filtrirt wurde. Die alkalische Flüssigkeit gelatinirte beim Erkalten, sie wurde erwarmt, mit Essigsaure versetzt; es schied sich ein rothbrauner Niederschlag aus. Er wurde, da er noch Natron hielt, in Weingeist gelöst und mit weingeistiger Bleizuckerlösung gefällt, der gewaschene Niederschlag in Weingeist suspendirt, mit Schweselwasserstoff zerlegt, und die Lösung vom Schwefelblei abfiltrirt. Nach dem Eindampfen hatte man eine rothbraune bei gewöhnlicher Temperatur harte, beim Erwarmen aber schmelzende Masse.

Die Analyse ergab C = 75,29

H = 11,24

0 = 13,47

^{*)} Dissertatio de fructibus asparagi et bixae Orellanae. Lipsiae 1849. Am vollständigsten wiedergegeben im Handwörterbuch der reinen und angewandten Chemie, 5. Band, Art. Orlean.

Kerndt analysiste den nach oben angegebener Weise gewonnenen rothen Farbstoff und und gibt ihm die Formel $C_{21}H_{22}O_3$, was in Procenten C = 75,7

H = 11.5 O = 12.8

erforderte. Es geht hieraus hervor, dass dieser Chemiker einen dem beschriebenen höchst ähnlichen Körper unter den Händen hatte.

Herr Piccard löste den Rest dieses Körpers noch dreimal mit Weingeist, fällte jedoch nur partiell mit Bleizucker und zerlegte mit Schwefelwasserstoff. Der Niederschlag wurde bei jeder spätern Fällung heller. Zuletzt wurde die vom Schwefelblei abfiltrirte weingeistige Lösung mit Thierkohle gekocht und eine farblose Flüssigkeit erhalten, die nach dem Verdunsten eine krystallinische starre fette Masse zurück liess, welche bei etwas über 60°C. schmolz.

Bei der ersten Fällung mit Bleizuckerlösung blieb neben dem Niederschlag, der wie soeben angegeben worden, weiter behandelt wurde, noch eine starkgefärbte Lösung; in dieser wurde durch Zumischen von Wasser eine braunrothe Fallung bewirkt, die Blei enthielt und desshalb mit Schwefelwasserstoff behandelt wurde. Durch Lösen in Weingeist und Fällen mit Wasser und Essigsäure wurde eine braune klebrig zähflüssige Masse erhalten, die ebenfalls analysirt wurde. Es zeigte sich aber bei wiederholter partieller Fällung mit Bleizucker und endlicher Behandlung mit Thierkohle, dass auch dieser Körper ein Gemisch war, wesshalb es keinen Sinn hätte, die Analysen desselben mitzutheilen. Die Thierkohle entfärbte die rothe weingeistige Flüssigkeit ebenfalls und es schied sich nach dem Abdampfen des Weingeistes ein therpenthinartig klebender zähflüssiger Körper ab. Derselbe brannte leicht mit russender Flamme, und zeigte beim Erwarmen auf einem Platinblech einen deutlichen Harzgeruch.

Der andere Weg, den Orlean nach dem Ausziehen mit viel Wasser und Wiedertrocknen zuerst mit Weingeist zu behandeln, lieferte gefärbte Substanzen, die reiner erscheinen. Die alkoholische Lösung liess einen reichlichen Rückstand. Derselbe wurde mit Aether behandelt, wodurch er in einen löslichen und einen wenig in Aether löslichen Theil geschieden wurde.

In der ätherischen Lösung liess sich durch Abdampfen, Aufnehmen in Weingeist, Kochen unter Zusatz von Aetznatron, bis der Weingeist weg war, Schütteln mit Wasser und Aether, 1) der in Aether lösliche therpenthin artige Körper, und 2) durch Sättigen der wässerigen natronhaltigen Lösung mit kohlensaurem Gas, Stehenlassen über Nacht, Sammeln des wenig gefärbten natronhaltigen Niederschlags, Versetzen mit Weingeist, der mit Chlorwasserstoff etwas angesäuert war, Kochen mit Thierkohle und Verdampfen der Lösung, eine weisse krystallinische fette Masse, die fette Säure, von der oben die Rede war, erhalten.

In der natronhaltigen Lösung war nun noch Farbstoff enthalten. Was an fetten Säuren noch vorhanden war, wurde durch partielle Fällung mit Essigsäure und Schütteln mit Aether entfernt. Endlich wurde mit Essigsäure ganz ausgefällt, der Niederschlag getrocknet, in viel Aether aufgenommen, der Aether verdunstet, wobei ein amorpher beim Zerreiben blutroth erscheinender ganz spröder, auch beim Erwärmen auf 100° starr bleibender Körper, den man wohl für den reinen Farbstoff halten darf, erhalten wurde. Ein Körper von ganz denselben Eigenschaften wurde aus der in Aether unlöslichen Partie des alkoholischen Extracts gewonnen. Diess geschah durch Schütteln des Rückstandes mit wenig Aether, Lösen in Weingeist, Filtriren und Abdampfen.

Der Farbstoff wurde in nicht grossen Quantitäten erhalten, eine damit angestellte Analyse bedarf der Bestätigung nach Herstellung neuen Materials auf dem angedeudeten Wege.

Dieser Farbstoff ist in Aether wenig, in kaltem Weingeist ebenfalls nicht sehr, in heissem Weingeist aber leicht löslich; er ist ferner löslich in Benzol, alkalischen Flüssigkeiten, Seifelösung. Die concentrirten Lösungen sind schön roth, die verdünnten gelb. Die weingeistige Lösung wird von essigsaurem Baryt nicht, von weingeistiger Bleizuckerlösung mit rother Farbe gefällt. (By.)

III. *Analyse einer Suite von Kupfererzen vom Calanda. – Es waren grössere (bis zu mehreren Pfunden Gewicht) und kleinere Handstücke eines quarzigen, kupferhaltigen und kohlensaures Kupferoxyd (als Malachit und Kupferlasur) enthaltenden Muttergesteins geliefert worden. Von jedem der Stücke wurde ohne Wahl etwas abgeschlagen, gepulvert und auf Kupfer- und Silbergehalt untersucht.

Es enti	nielt		Kupfer.	Silber.		
	Nr.	1.	8 34	0,08237	%	
	»	2.	10,61	0,15933	/ o	
	»	3.	15,76	0,13603	%	
	>>	4.	11,12	0,13859	%	
	· »	5.	12,22	0,13859	%	
)9	6.	3,90	0,08221	/o .	*
	»	7.	9,03	0,1025	1/0	
	»	8.	4,83	0,08187	/o _.	
	Mi	tel	9,476	0,10678	%	(By.)

IV. Analyse von Sodasalz, das in einer Glashütte des Jura gebraucht wird.

Kohlensaures	Natr	on	•	,			•		806,4
Chlornatrium			•		•		•		76,6
Quarzsand, E	Erde ,	ur	lös	slic	he	Sil	lica	te	12,2
Eisenoxyd .		•		*					5,5
Schwefelsaure	es Na	tro	n					٠.	6,5
Schwefelnatri	um			:					5,5
Kohlensaurer	Kalk								0.7
Wasser						٠.		• -	84.3
Verlust				• .					2.7
								_	

(By.)

V. * Analyse einiger Graubünden'schen Erze.

Bleiglanz von Seesvenna.

Blei 70,49 % Spur von Silber.

Galmei von Seesvenna.

Zink 38,58 %.

Zinkblende von Seesvenna.

Zink 27,22 %

Blei 4,31 %

Eisen 2,96 %

Kupferkiese von Mondin.

		Kupfer.	Eisen.	Schwefel
Nr.	i.	9,56	11,38	13,01 %
3 0	2.	4,21	12,21	13,95 %
» ·	3.	11,32	13,90	15,87 %
»	4.	7.62	33,40	38,17 %
D	5.	0,68	14,05	16,06 %
))	6.	33,68	33,50	- %
		01	33	

Bleiglanze von Obermadlein.

Nr. 1. Blei 6.54 % Spuren von Silber » 2. Blei 14.55 % und Gold.

VI. Analyse einer Schweissofenschlake von Albbruck.

Die Schlake zeigte an der Oberfläche ziemlich grosse Krystalltafeln; diese wurden der Analyse unterworfen.

			Sauerstoffgeh	alt.
Ĭ.	Eisenoxydul	59,33	13,19	
	Eisenoxyd	6,45	1,93	
	Kieselsäure	34,81	14,66	
	_	100 61	•	

(Das Eisen wurde in seinen beiden Oxydationsstufen durch Titriranalyse bestimmt.)

II. Eisenoyd 74,51 Gewichtsanalyse.

Kieselsäure 33,51

108,02

Wird das gefundene Eisenoxyd auf Eisenoxydul berechnet, so erhält man

67,00 Kieselsäure 33,51

Die Schlake scheint trotz eines kleinen Ueberschusses an Kieselsäure und eines Gehaltes an Eisenoxyd teehnisch wesentlich als das Monosilicat des Eisenoxyduls betrachtet werden zu müssen. Die Formel 2FeO, SiO2 würde auf 72 FeO, 30 SiO2 fordern (By.)

VII. *Zerlegung eines Posidonienschiefers aus dem Kanton Schaffhausen.

								I.	II.
Wasser, entv	veich	end b	eim I	Erwäi	rmen	auf 1	$00^{\rm o}$	3	5 %
Asche .			•					66,5	66,5
Organisches			•					30,5	28,5
								100.0	100.0

Bei der trocknen Destillation wurde erhalten:

Vallinan Disabetand		A0 A
Kohliger Rückstand	•	09,0
Ammoniakwasser .		11,5
Theer		3,0
Gase und Dämpfe .		16,5
· · · · · · · · · · · · · · · · · · ·	-	100.0

Zur Destillation von je 5 Pfund der Schiefer wurden 3 Stunden Zeit verwendet. Anfangs entwickelte sich stark leuchtendes Gas, gegen das Ende fast nur Wasserstoffgas.

Das specifische Gewicht des gewonnenen Theers betrug 0,958. Das Ammoniakwasser enthielt 0,1 % Ammoniak.

(By.)

VIII. *Analyse von drei Mustern Marseiller Seife.

	Nr. 1.	Nr. 2.	Nr. 3.
Fettsäuren	66,99	67,16	68,01
Damit verbundenes Natron . Schwefelsaures Natron und	7,80	7,82	7,25
Chlornatrium	4,00	1,08	1,33
Unverseiftes Fett	_	Spur	_
Wasser	21,21	23,94	23,41
	100,0	100,0	100,0
		· (By.)

IX. *Untersuchung von Bergtheer aus Slavonien. — Nach Entwässerung desselben auf dem Dampfbade, wurde die Destillation vorgenommen. Das Destillationsprodukt, ein schwach bräunlich gefärbtes dickflüssiges Oel, betrug 66 % vom Gewichte des Rohmaterials.

Das Oel wurde auf's Neue der Destillation unterworfen, es begann bei 80° C. zu sieden, der Siedepunkt stieg aber sehr rasch. Sobald der Siedepunct 200° C. erreicht hatte, wurde die Vorlage gewechselt.

Unter 200° C. war übergegangen 10 Prozent des Oels, die Flüssigkeit hatte ein spec. Gewicht von 0,80.

Was über 200° C. überging betrug 64 % vom Gesammtgewicht und hatte ein spec. Gewicht von 0.9.

Der Rückstand in der Retorte war eine schwarzbraune asphaltähnliche Masse.

Das leichtere Oel liess sich in einer Mineralöllampe mit hellem Lichte ohne lästigen Geruch oder Rauch verbrennen. Es war nicht möglich durch Behandeln desselben mit Salpetersäure Benzin darin nachzuweisen. (By.)

X. Untersuchung eines in der Türkischrothfärberei als Zusatz zu den Oelbeizen
empfohlenen Geheimmittels. – Die Flüssigkeit
war etwas trüb, bräunlich, ziemlich dünnflüssig, roch eigenthümlich, beinahe faulig und reagirte alkalisch.

Durch das Mikroscop liess sich nichts Charakteristisches darin entdecken.

Sie entwickelte beim Zusatz von Salzsäure, Kohlensäure und schwachen Schwefelwasserstoffgeruch; ein Tropfen Bleizucker brachte in dem mit Säure versetzten Fluidum einen schwarzen Niederschlag hervor. Ruhig stehend schied sich nach dem Zusatz von Säure eine flockige graubraune Masse aus, die wesentlich aus organischer stickstoffhaltiger Materie bestand.

Auf dem Dampsbad bis zur Trockne gebracht und zuletzt einige Zeit im Lustbade auf 120° C. erhitzt blieb ein
graulicher Rückstand 17,25 Prozent vom Gewichte der Flüssigkeit betragend. Davon waren nach dem Einäschern
13,83 fixe Bestandtheile als geschmolzene Masse geblieben,
und 3,31 wurde verslüchtigt, wobei der Geruch brennenden Hornes sich entwickelte. Der fixe Rückstand war beinahe gänzlich in Wasser löslich und erwies sich der Hauptsache nach als kohlensaures Natron. Es liessen sich serner
Schweselsäure. Schweselwasserstoff, Phosphorsäure und
Kalkerde darin nachweisen. Die auf dem Dampsbad eingetrocknete Masse wurde mit Aether geschüttelt, der etwas
sette Substanz ausnahm.

Aus diesen Reactionen wurde geschlossen, dass die Flüssigkeit eine Sodalösung, mit Blut versetzt, sei. Auf Blut deutete der Phosphorsäuregehalt der Asche, das Fett, die flockige Auscheidung bei Säurezusatz, und der Horngeruch beim Erhitzen. Die Schwefelwasserstoffreaction konnte auch von der Soda, wenn etwa gewöhnliches Sodasalz dazu genommen worden war, herrühren. Die Abwesenheit der Blutkügelchen erklärt sich aus der Einwirkung des Alkali, worin sie zerplatzen.

Aus den Quantitätsverhältnissen des durch Glühen zerstörbaren und des der Glühhitze widerstehenden Rückstandes, darf bei der Annahme von 20 % fester Bestandtheile im Blute und einem Gehalt der Soda von 85 % fester Bestandtheile annähernd die Mischung angesehen werden als bestehend aus

```
3 % Blut = 1500 Grm. = 300 gr. feste Bestandtheile
```

14 & Wasser = 7000 » = 7000

Man hat so eine Mischung aus 82,0 Wasser

12,7 fixen Rückstand d. Soda 3.0 organ. Materie.

Verlust

0.0045

Ein Gemisch der drei Bestandtheile in diesem Verhältnisse erwies sich denn auch dem zur Untersuchung vorliegenden ganz ähnlich. (By.)

XI. *Analyse von Kanonenmetall zwei neuer Geschützröhren aus dem Zeughause in Luzern.

(Sign.) Nr. 2.

Angewandte Substanz: 1,9057 Grm.

		,	
Kupferoxyd	2,1231	Kupfer	1,6947
Zinnoxyd	0.2515	Zinn	0.1977
Eisenoxyd	0,0030	Eisen	0,0021
Schwefels. Bleioxyd	0,0018	Blei	0,0012
Zinkoxyd	0,0100	Zink	0.0080
	_		4 90/42

In Procenten:

 Kupfer
 88,929

 Zinn
 10,375

 Eisen
 0,110

 Blei
 0 062

 Zink
 0,419

(Sign.) Nr. 3.

Angewandte Substanz: 3,3045 Grm.

Verlust 0,0047

In Procenten: Kupfer 89,835

Zinn 9,813

Bisen 0,038

Blei 0,133

Zink 0,036 (By.)

XII. *Untersuchung mehrerer Sorten sogenannter Vicognawolle. — Das aus Wolle und Baumwolle gemischte Gespinnst wurde mit einem gewissen garantirten Wollegehalt verkauft. Die Vertheilung der beiden Fasern kann unmöglich sehr gleichmässig in dem Faden stattfinden, eine Scheidung auf chemischem Wege hat zudem ihre bekannten Schwierigkeiten, desshalb war nöthig, jede der Scheidungen mit 2 verschiedenen Mengen desselben Gespinnstes vorzunehmen.

Die hygroscopische Feuchtigkeit wurde durch Trocknen bei 110° C. bis zu gänzlichem Aufhören des Gewichtsverlustes bestimmt.

Der Farbstoff, der aus geringen Holzfarben bestand, wurde durch Behandeln mit sehr verdünnter Sodalauge und darauf folgender heisser Essigsäure so viel wie mögich abgezogen.

Der Rückstand wurde mit Kupferoxydammoniak behandelt und die entstandene Gallerte sorgfältig durch Reiben und Waschen entfernt. Die Ergebnisse waren:

11, 1,1	Dunkelbraun und weiss.	Kerinth und gelb.	Blau und gelb.	Schwarz und gelb.
Wasser	8,5	8	7,5	9,5
Farbstoff	15,0	16	15	20,5

In dem getrockneten Rückstand fand sich das Verhältniss von Baumwolle zu Wolle in je zwei Versuchen:

Baumwolle
$$83 - 85$$
 $79 - 85,6$ $78 - 79,4$ $42 - 45$ Wolle $15 - 17$ $14,4-21$ $20,6-22$ $55 - 58$

XIII. *Analyse des Lignits von Semsales im Kanton Freiburg.

> Kohlenstoff = 55,16 Wasserstoff = 4,43 Sauerstoff = 19,06 Stickstoff = 0,69 Schwefel = 3,80 Asche = 11,79 Feuchtigkeit = 5,07 100,00

Die Gesammtmenge des Schwefels (durch Umwandlung in Schwefelsäure mittelst Salpeter und Soda bestimmt) betrug 4,93 Procent. Der Schwefelgehalt des Aschenrückstandes war 9,61 Procent.

XIV. Versuche zur Ermittlung der Schärfe der araometrischen Bestimmung des Natronsalpeters in Kalisalpeterlösungen. -Anthon bedient sich des spezifischen Gewichtes von Lösungen, die bei einer bestimmten Temperatur ganz gesättigt sind, zur Ermittlung ihres Natronsalpetergehaltes. Er fand, dass schon 1, 2, 3 % Natronsalpeter einer gesättigten Kalisalpeterlösung zugesetzt, deren Gewicht wesentlich erhöht. Wird aber eine Gemenge der Salze mit einer zu ihrer Lösung unzureichenden Menge Wasser übergossen, so löst sich mehr Natronsalpeter neben dem Kalisalpeter, als dem Procentgehalt des trocknen Gemenges der Salze entspricht; die specifischen Gewichte, der in dieser Weise dargestellten Lösungen zeigen daher noch grössere Differenzen. Anthon ermittelte die specifischen Gewichte von solchen Lösungen aus 1 Salzgemenge in 1/2 Wasser bei 13º R. Bei diesen Bestimmungen bedürfen also zwei ganz verschiedene Verhaltnisse der Controlle.

- 1) Das specifische Gewicht gesättigter Lösungen von bestimmter Temperatur und bekanntem Natronsalpetergehalt.
- 2) Die Menge des Natronsalpeters, die von dem unzureichenden Lösungsmittel aufgenommen wird, und ihr Einfluss auf das specifische Gewicht der Lösung.

Das erstere ist das wichtigere, da das zweite von selbst dahinfallt, wenn jene Bestimmungen zu grosse praktische Schwierigkeiten oder Ungenauigkeit einschliessen.

Vergleichen wir zuerst die Angaben, die sich über das specifische Gewicht einer reinen gesättigten Salpeterlösung finden.

Zwei Practikanten meines Laboratoriums, die Herrn Piccard und Cornu, die ich veranlasste diese Versuche unter meiner Anleitung auszuführen,

Daraus geht hervor, dass für Temperaturen zwischen 15° und 16°.25 das specifische Gewicht der Lösungen von den verschiedenen Experimentatoren innert der ersten beiden Decimalen gleich gefunden wurde Piccard und Cornu fanden dasselbe niedriger als Gerlach und etwas höher als Anthon. Man erfährt aus den Tabellen von Gerlach, dass Differenzen von 1 Procent des Gehaltes schon Gewichtsunterschiede von 0,006 bis 0,007 hervorbringen. Die obigen Abweichungen wurden also etwa 1/2 % des Gehaltes entsprechen. Wenn dies auch als eine hinlängliche Genauigkeit für technische Zwecke angesehen werden will, so ist doch zu bedenken, dass ein genaues Thermometer, genaues Behalten der Temperatur während des Versuches, und eine gute Wage vorausgesetzt werden müssen, wenn nicht Abweichungen entstehen sollen, die ziemlich über 1/2 % des Gehaltes hinausgehen. Es ist

aber auf einen Widerspruch hier aufmerksam zu machen, der sehr wichtig ist. Gerlach gibt für die bei 15° C. gesättigte Lösung einen Gehalt von 21,074 Procent bei einem specifischen Gewicht von 1,14417 an. Anthon dagegen sagt: seine bei 13° R. dargestellte gesättigte Lösung enthalte in 160 Theilen nahezu 29 Gewichtstheile Kalisalpeter. Vielleicht ist dies ein Druckfehler und soll 20 heissen, eine Differenz die immerhin gross genug ist, um Bedenken gegen die Schärfe der Methode zu erregen.

Die Herren Pic card und Cornu machten Mischungen von reinem und trocknem Kali- und Natronsalpeter in bestimmten Prozentverhältnissen und übergossen sie mit der Hälfte ihres Gewichtes Wasser, um die specifischen Gewichte der Lösungen zu vergleichen. Die Temperaturen, bei der die Versuche ausgeführt wurden, schwankten zwischen 13 und 16° C.

Stellen wir deren Resultate neben die Angaben Anthon's. Es entspricht

nach Anthon:	nach Piccard und Cornu:
1 Proc. Natronsalpeter 1,163	
	2 Proc. Natronsalpeter 1,1609
3. » » 1,195	
	4 » » » 1,1792
6 » » 1,217	
10 » » 1,242	
	18 » » 1,2960
	20 » » 1,3158

Durch Interpoliren findet man in der Anthon'schen Scale für 2 Procent ein specifisches Gewicht von 1,179, dies entspräche schon 4 Proc. nach den Versuchen von Piccard und Cornu; und für 4 Procent ein specifisches Gewicht von 1,2023, was (durch Interpolation gefunden) in der Scale von Piccard und Cornu schon etwas über 7 Procent ausmachte.

Die Unterschiede der Temperaturen mögen wohl einigen Einfluss geübt und einige Abweichung veranlasst haben. Allein es ist, wie schon bemerkt, von vorneherein eine grosse Erschwerung, wenn zum Eintreffen brauchbarer Bestimmungen absolut gleiche Temperaturen eingehalten werden müssen. Zudem aber ist der Temperatureinfluss nicht hinreichend diese Differenzen zu erklären.

Die Herrn Piccard und Cornu fanden z. B., dass eine gesättigte Lösung des Gemisches, das 20 Procent Natronsalpeter enthielt,

specifisches Gewicht zeigte.

Dies entpräche für eine Differenz von 10 Celsius'schen Graden einem Unterschied des specifischen Gewichtes von 0,026, während die Piccard-Cornu'schen Bestimmungen bei einer Temperaturdifferenz vorgenommen, die höchstens 2—3° C. beträgt, für die 2-procentige (Natronsalpeter) Lösung um 0,0181 und für die 4-procentige gar 0,0231 abweichen.

Die Dichtigkeits-Differenzen für 1 Procent Zunahme des Natronsalpeters betragen

^{*)} Specifische Gewichte der gebräuchlichsten Salzlösungen von Dr. G. Th. Gerlach.

day there bei Anthon: a de field

zwischen 1 und 3 Proc. 0,0160 d and final

- 3 x 6 x 0.0070 11 1 /1
- » 6 », 10 % » : 0,0062 page defend.
- » 10 » 40 » 0,0064

bei Piccard und Cornu:

zwischen 2 und 4 Proc = 0,00915

» 4 » 18 » = 0,00833

In der Reihe von Anthon fallen also plötzlich zwischen
3 und 6 Procent Natronsalpetergehalt die Gewichtsdifferenzen auf mehr als die Hälfte pro Procent und später werden
sie wieder etwas grösser

Ehe man die Methode mit allem Vertrauen annehmen kann, müsste vorliegen

- eine ganz sichere Ermittlung des Gehaltes einer bei der Normaltemperatur gesättigten und ihrem spec. Gewichte nach bekannten Lösung reinen Kalisalpeters.
- Beseitigung der Hindernisse und Widersprüche für Herstellung einer vollständigen Scale durch Interpolation. (By.)

XV. Untersuchung einer italienischen Seide, die sich beim Entschälen und Färben abnorm verhielt. — Es war von dem Käuser der sraglichen Seidenparthie, der sie zum Entschälen und Färben gab, beobachtet worden, dass sie mehr an Gewicht verlor, als ähnliche Sorten zu verlieren pflegen, und dass sie sich nach dem Schwarzfärben ungleich in der Nüance, fast fleckig zeigte. Vom Färber war ihm überdiess bemerkt worden, dass diese Seide zum Entschälen mehr Seise bedürse, als andere italienische Seide, und dass die Svinterbrühe diklich molkig wurde.

Man übergab mir zwei Muster aus zwei verschiedenen Ballen, die ich mit a und b bezeichnen will. Ich nahm folgende Proben damit vor:

- 1. Von beiden wurden einige Gramme genau abgewogen, beide in ganz demselben Verhältniss mit Marseillerseise und destillirtem Wasser im nämlichen Dampfbad gleich lang erhitzt. Das Muster a zeigte sich viel weniger entschält als b. a verlor 20 % an Gewicht, während b nur 13,6 % abnahm. Die Svinterbrühe von a war blasser, dicklicher und erschien nach mehreren Stunden wie geronnen.
- 2. Andere ebenfalls abgewogene Mengen wurden mit gleichen Mengen einer sehr verdünnten Sodalösung gleich lang gekocht. Die Flüssigkeit von a war viel trüber als die von b, und setzte nach einiger Zeit einen Niederschlag ab, der der Hauptsache nach aus kohlensaurem Kalke bestand.
- Von beiden Mustern wurden gleiche Mengen mit der zwanzigsachen Wassermenge gekocht. Die Flüssigkeit von a zeigte deutliche Salzsäure-, Schweselsäure-, Kalkerde- und Bittererde-Reactionen. Die von b nur sehr wenig Kalkerde.
- Mit Essigsäure ausgekocht ergab a eine viel stärkere Kalkreaction als b. Blei war in keiner der Lösungen nachweisbar.

- 5. Von beiden Mustern wurden Streifen, mit Weingeist befeuchtet, in einen Flasche aufgehängt, die mit Schwefelwasserstoffgas gefüllt war; auch bier ergab sich keine Bleispur.
- 6. Ein Gramm von jeder Sorte wurde mit reiner Salpetersäure zuerst zerstört und der Rückstand sodann ausgeglüht; er betrug

von a 0,039 Gramm, von b 0,009 Gramm.

In Chlorwasserstoff gelöst konnte in a leicht Kalkund Bittererde nachgewiesen werden.

Es ist hieraus zu schliessen:

Die Seide a war in Lösungen von Kalk- und Bittererdesalzen, Chlorcalcium, Chlormagnesium, schwefelsaurer Bittererde eingetaucht worden.

Diess kann vielleicht unabsichtlich geschehen sein, und die Erscheinungen von Seewasser herrühren. Die Schwierigkeit des Entschälens und der vermehrte Seiseverbrauch sind sehr leicht auf die Anwesenheit der genannten, Seise zerlegenden Salze zurückführbar. Der grössere Gewichtsverlust beim Entschälen von a ist so zu erklären, dass diese Seide, vermöge der wasseranziehenden Salze, mehr hygroscopische Feuchtigkeit enthielt, zur Zeit als sie in die Färberei gebracht wurde, als b, und mehr als die Seide gewöhnlich enthält. Die Ungleichheit des Farbeniederschlags auf derselben kann sehr leicht von Kalkseise, die anhasten blieb, herrühren. (Guinon beobachtete 1855, dass gesärbte Seide nach einiger Zeit sleckig wurde, und schrieb diess dem natürlichen Kalkgehalt des Goconfadens zu.)

Wenn absichtliches Eintauchen in Chlorcalcium und Chlormagnesiumlösungen, in concentrirtes Meerwasser oder Mutterlaugen stattfand, so ist anzunehmen, diess sei aus der Kenntniss der Eigenschaften dieser Salze, Wasser anzuziehen hervorgegangen. Es wäre nicht uninteressant zu untersuchen, ob die auf solche Weise an der Seide anhängende Feuchtigkeit auch gegenüber den Gehaltsproben der Conditioniranstalten verborgen bleiben könne. (By.)

Bestimmungs- und Prüfungsmethoden.

Neue Methode zur Bestimmung der Gerbsäure, von Carl Hammer. — Des Verfassers Methode zur Bestimmung der Gerbsäure beruht auf der Anwendung eines eigens hierzu hergestellten Aräometers. Das Wesentliche der Methode liegt in der Art und Weise, wie der Verfasser die Aräometerbestimmung unabhängig macht von Fenlern, welche durch Gegenwart anderer Körper in einer Lösung hervortreten müssen. Derselbe bestimmt nämlich zuerst das spezifische Gewicht einer auch andere gelöste Substanzen enthaltenden Gerbsäurelösung, entfernt dann den Gerbstoff allein und zwar so, dass hierbei die Flüssigkeit weder verdünnt, noch sonst irgend verändert wird, und bestimmt schliesslich das spec. Gewicht wieder. Die erfolgende Abnahme des spec. Gewichts muss nun proportional sein dem vorhandenen Gehalte an

Gerbsäure. Es bedarf alsdann nur einer genauen Tabelle, welche die Beziehungen zwischen dem Gehalte und dem spec. Gewichte der Gerbstofflösungen von verschiedener Concentration erkennen lässt, um aus der gefundenen Differenz den Gerbstoffgehalt der Lösung sogleich zu ermitteln. Der Verfasser bestimmte nun zuerst die specifischen Gewichte reiner Gerbstofflösungen bei 15° C., und fand folgende Werthe:

Proc. reiner Ge	an Spec. Gewichte rbsäure. bei 15° C.
	perference of 4,0000 is the second lines.
_	1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1
	14.32 July 20 1 1,0120 1 1 1 19 2 14
	Design of the 1,0160 and a grateriles.
	19 days / 1,0201 (apagitet) ep
,	1,0242
	1 to \$ 1.5 Section 1,0325 Section 1 Section 1 Section 1
,	1, 0367
10	.a., , , , , , , , , , , , , , , , , , ,

Mit Hülfe derselben kann man jede reine Gerbsäurelösung durch blosse Ermittelung ihres spec. Gewichts sofort auf ihren Gehalt prüfen. Um diese Prüfungen bequemer und rascher ausführbar zu machen, liess der Verfasser vom Mechanikus Niemann in Alfeld ein Aräometer
verfertigen, welches die spec. Gewichte von 0 bis 1,0409
umfasst. Die Scala desselben gibt statt der spec. Gewichte
die denselben entsprechenden Gerbstoffprocente unmittelbar an. Die zwischen den Procentmassen befindlichen
Zwischenräume sind in je 10 Theile getheilt, so dass man
die Zehntelprocente direkt ablesen kann. Für den praktischen Gebrauch genügt übrigens schon ein 1-5 Procent
Gerbstoff abgebendes, aber auch in Zehntel eingetheiltes
Aräometer. Bei der Anwendung hat man darauf zu achten, dass die Temperatur von 15° C. eingehalten wird.

Zur Entfernung der Gerbsäure aus ihrer wässerigen Lösung bedient man sich der thierischen Haut. Ein bis zum Gerben vorbereitetes Stück (eine sogenannte Blösse) wird so lange mit Wasser ausgewaschen, bis es nichts mehr an dasselbe abgibt, alsdann auf einem Brette ausgespannt und in gelinder Wärme getrocknet. Die trockne Haut verwandelt man dann mit einer rauhen Feile in ein grobes Pulver, welches sich in verschlossenen Gefässen unverändert aufbewahren lässt. Nach Versuchen gebraucht man zur vollständigen Entlernung des Gerbstoffes aus einer wasserigen Lösung für je ein Gewichtstheil derselben vier Gewichtstheile Haut. Kennt man den Gerbstoffgehalt einer Lösung noch nicht, so betrachtet man das spec. Gewicht desselben als von reinem Gerbstoffe bedingt, berechnet demgemäss die Hauptmenge nach dem obigen Verhältnisse und kann alsdann sicher sein, dass dieselbe zur Gerbstofffällung jedenfalls ausreicht. Nach dem annähernden Abwägen wird das Hautpulver in Wasser eingeweicht und hierauf in einem leinenen Tuche zwischen den Handen gut ausgepresst, damit das anhängende Wasser die Lösung später nicht verdünne. Schüttelt man das so vorbereitete Hautpulver mit einer hinlänglich verdunnten Gerbstofflösung kurze Zeit, so ist aller Gerbstoff gefällt; eine längere Digestion ist somit, wenn auch nicht nachtheilig, so doch durchaus nicht nöthig.

Ausführung der Methode. Bei der praktischen Ausführung der Methode hat man zunächst ins Auge zu fassen, dass man den zu bestimmenden Gerbstoff in einer klaren und nicht zu verdünnten Lösung bekommt. Rinden oder dergleichen kocht man daher im verkleinerten Zustande zunächst mit Wasser aus und erschöpst sie hierauf vollständig in einem Verdrängungsapparate, - eingetrocknete Pflanzensäste reibt man mit Wasser in einer Reibschale ab, filtrirt durch Leinwand und wäscht den Rückstand gut aus. Die auf die eine oder andere Weise dargestellte Läsung muss gewogen werden, da die Kenntniss ihrer Quantität zur späteren Berechnung des Procentgehaltes der zu untersuchenden Substanz erforderlich ist. Der einfacheren Rechnung halber bringt man zweckmassig das Gewicht der Flüssigkeit durch Zusatz von Wasser auf eine runde Zahl von Grammen und mischt alsdann die Lösung gleichförmig.

Man füllt mit dieser Flüssigkeit den zum Aräometer gehörenden Cylinder an. War derselbe nicht vollständig trocken, so spült man ihn zuvor mit der zu prüfenden gertsäurehaltigen Lösung selbst aus. Nachdem man die Spindel eingesenkt und etwaige Luftbläschen entfernt hat, bringt man das Auge in eine Ebene mit dem unteren Rande des Meniskus der Flüssigkeit und liest die Grade ab.

Jetzt wägt man in einem trocknen oder mit der gerbsäurehaltigen Flüssigkeit ausgespülten Kolben etwas mehr von derselben ab, als man braucht, um den Cylinder des Aräometers zu füllen, setzt die mehrfache Menge des aus dem gefundenen spec. Gewichte für die abgewogene Flüssigkeitsmenge berechneten Gerbstoffs an Haut zu, verschliesst den Kolben und schüttelt füchtig. Die Abwägungen der Haut und der damit auszufällenden Flüssigkeit brauchen nur annähernd zu sein.

Man filtrirt nun die vom Gerbstoffe befreite Lösung durch ein leinenes Tuch geradezu in den Cylinder des Araometers. Ist derselbe nicht ausgetrocknet, so spült man ihn mit den ersten Portionen des Filtrates aus. Nach Einsenkung der Spindel liest man sodann wie oben ab.

War das Aräometer ein solches, wie es oben beschrieben wurde, d. h. ein Gerbstoff-Procentaräometer, so bezeichnet die Differenz der beiden Ablesungen unmittelbar den Gerbstoffgehalt der untersuchten Lösung; — gab dagegen das Aräometer das spec. Gewicht an oder bestimmte man diess mittelst eines Pyknometers, so addirt man zu der Differenz der spec. Gewichte die Zahl 1, und sucht für die so erhaltene Zahl den entsprechenden Procentgehalt an Gerbstoff in der Tabelle. (Polyt. Notizbl.)

Titrirmethode zur quantitativen Bestimmung der Gerbsäuren, von Dr. Handtke. — Eine essigsaure Eisenoxydlösung, wie sie in den Apotheken unter dem Namen Liquor ferri oxydati acetici vorräthig gehalten wird, mit Wasser verdünnt, zu einer verdünnten Gerbsäurelösung gesetzt, bewirkt zwar eine Fällung der Gerbsäure, allein das gebildete gerbsaure Eisenoxydul ist

so fein, dass es sich lange Zeit in der Flüssigkeit suspendirt erhält und selbst durch Filtriren kein klares Filtrat erzielt werden kann, ein Verhalten, welches auch bei der Anwendung von Eisenchlorid und schwefelsaurem Eisenoxyd wahrgenommen wurde. Mit der grössten Vollständigkeit und Leichtigkeit kann diese Abscheidung erreicht werden, wenn der Flüssigkeit eine verdünnte Lösung von essigsaurem Natron und etwas freier Essigsäure hinzugefügt wird; die Filtration geschieht sehr rasch und das Filtrat ist vollkommen farblos. Anstatt jedoch die letztgenannte Lösung für sich anzuwenden, fand der Verfasser es für zweckmässiger und einfacher, sie mit der essigsauren Eisenoxydlösung zu vermischen.

Zur weiteren Prüfung der genannten Mischung fertigte der Verf. zunächst eine Lösung von 0,5 Grm. getrockneter reiner Gerbsaure in 100 Cubikcentim. Wasser, brachte davon 10 Cubikcentim. mit Hülfe einer Pipette in eine Glasschale, fugte eben noch so viel Wasser hinzu und liess, unter fortwährendem Bewegen der Flüssigkeit mit einem Glasstabe, die angegebene Eisenmischung aus einer in 1/10 Cubikcentim. getheilten Bürette tropfenweise hinzufliessen. Es erzeugte sich zuerst eine gleichförmige, blauschwarz gefärbte Flüssigkeit; bei weiterem Zusatz von Eisenlösung trat ein Punkt ein, wo sich der Niederschlag bildete, und, nachdem die Flüssigkeit noch eine Zeit bewegt worden war, am Boden der Schale absetzte. Die Bildung des Niederschlags zeigt zugleich das Ende der Operation an, und ist so genau zu beobachten, dass die Anwendung eines Indicators völlig überflüssig ist.

Um sich von der Tauglichkeit der Eisenlösung zur quantitativen Bestimmung zu überzeugen, führte der Verf. noch folgende Versuche aus:

Es wurden mehrmals 10,5 und 1 Cubikcentimeter Gerbsäurelösung herausgenommen. verdünnt, mit Eisenlösung versetzt und die Anzahl der verbrauchten Cubikcentimeter notirt.

Vier Versuche mit 10 Cubikcentimeter Säurelösung erforderten im Mittel 10.925.

Vier Versuche mit 5 Cubikcentimeter Saurelösuug erforderten im Mittel 5.5.

Vier Versuche mit 1 Cubikcentimeter Säurelösung erforderten im Mittel 1.1.

Es wurden ferner 4 Mal 0,1 Grm. getrocknete Gerbsäure in Wasser gelöst, mit Eisenlösung versetzt, der Niederschlag abfiltrirt, ausgewaschen, getrocknet und geglüht, mit etwas Salpetersäure befeuchtet, nochmals geglüht und alsdann gewogen. Die Menge des erhaltenen Eisenoxyds betrug in jedem einzelnen Versuche;

0,0455 Grm.

0,0460 »

0.0456

0,0458

Es ist nur noch nöthig, etwas über die Darstellung der Normalflüssigkeiten, sowie über die Ausführung der Operation selbst, mitzutheilen.

Es sind zwei Flüssigkeiten erforderlich, eine Eisenlösung und eine Gallusgerbsäurelösung, welche man auf folgende Weise erhält:

Polyt. Zeitschrift. Bd. VI.

1) Darstellung der Eisenoxydlösung. Am zweckmässigsten verwendet man hierzu die in den Apotheken vorräthig gehaltene essigsaure Eisenoxydflussigkeit von 1.140 bis 1.145 specifischem Gewicht; oder eine beliebige Menge Eisenchloridlösung wird mit Aetzammoniak versetzt, der Niederschlag vollständig ausgewaschen, auf eine dichte Leinwand gebracht, und durch allmäliges Pressen das Wasser so viel als möglich zu entfernen gesucht. Das noch feuchte Eisenoxydhydrat bringt man hierauf in eine Flasche, übergiesst es mit so viel concentrirtem Essig, dass nach öfterem Umschütteln nur noch ein kleiner Theil Eisenoxyd ungelöst zurükbleibt. Die erhaltene Lösung bringt man durch Zusatz von Wasser auf das oben angegebene specifische Gewicht. Von dieser Flüssigkeit wägt man 16 Grm. ab, fügt 8 Grm. concentrirte Essigsaure hinzu und verdunnt mit so viel Wasser, dass das Ganze 1 Liter beträgt; in dieser Mischung löst man alsdann 16 Grm. krystallisirtes essigsaures Natron auf. Hierbei muss bemerkt werden, dass man, um ein haltbares Präparat zu erzielen, besonders auf das angegebene specifische Gewicht der essigsauren Eisenoxydflussigkeit zu achten hat; ferner ist die Gegenwart freier Essigsaure auch desshalb nothwendig, weil sie die Zersetzung verhindert. Eine solche saure Lösung lässt sich mehrere Monate hindurch aufbewahren, ohne irgend eine Trübung zu erleiden, dieselbe tritt aber sehr bald ein, wenn eine Lösung ohne Essigsäure hingestellt wird.

2) Darstellung der Gallusgerbsäurelösung. Die käufliche Gallusgerbsäure gibt beim Auflösen in Wasser keine klare Flüssigkeit, sondern ist durch fein vertheilte Harz- und Fettheilchen trübe, welche sich auch durch Filtriren davon nicht trennen lassen. Um eine harz- und fettfreie Gerbsäure zu erhalten, löste der Verf. die käufliche in wasserhaltigem Aether, trennte die ätherische Flüssigkeit von der unteren wasserhaltigen, übergoss letztere mit Wasser, filtrirte die Lösung, dampste sie im Wasserbade ein und trocknete den Rückstand bei 100° C. vollständig aus. Die so gereinigte Gerbsäure giebt eine ganz klare Lösung.

Von der gereinigten und getrockneten Gerbsäure werden 0.5 Grm. abgewogen und in 100 Cubikcentim. Wasser gelöst; mithin enthält jeder Cubikcentimeter 0,005 Grm. reine Gerbsäure.

Nach dieser Normalgerbsäurelösung stellt man den Titer der vorigen Eisenlösung in folgender Weise: 5 Cubikcentim Gerbsäurelösung werden mittels einer Pipette in ein Glasgefäss gebracht (am zweckmässigsten eignet sich eine ziemlich halbkugelige Glasschale dazu, weil sich darin die Bildung des Niederschlags mit Genauigkeit beobachten lässt), welches sich auf einer weisen Unterlage befindet, dann lässt man tropfenweise aus einer in 1/10 Cubikcentim. getheilten Bürette, unter fortwährendem Bewegen der Flüssigkeit, die Eisenlösung hinzufliessen, was so lange fortgesetzt wird, bis sich eben der Niederschlag zu bilden anfängt; bewegt die Flüssigkeit etwas stärker, wodurch die Abscheidung befördert wird, und die über dem Niederschlage stehende Flüssigkeit wird vollkommen hell erscheinen. Zur Controlle ist es nöthig, diese Prüfung

mehrmals auszuführen. Bei einer solchen Titerstellung wurden von 5 Cubikcentim. Gerbsäurelösung bei viermaliger Wiederholung erfordert, im Mittel 5,5 Cubikcentim.

Da nun 5 Cubikcentim. dieser Normalgerbsäurelösung 0,025 Grm. reine Gerbsäure enthalten, so entspricht jeder einzelne Cubikcentimeter Eisenlösung

$$\frac{0.025}{5.5}$$
 = 0,004546 Grm. Gerbsäure.

Mithin ist nur nöthig, die verbrauchte Anzahl Cubikcentim. Eisenlösung, bei irgend einer Bestimmung, mit der Menge Gerbsäure zu multipliciren, welche bei der Titerstellung für einen Cubikcentimeter gefunden worden ist; in dem angeführten Falle demnach mit 0,004546, was dann leicht in Procente überzuführen ist.

Will man den Gerbstoff in irgend einem Gerbematerial bestimmen, so wägt man von der bei 100° getrockneten und gepulverten Substanz, wenn sie sehr gerbstoffreich ist, 1 Grm., von einer weniger reichen 2 bis 3 Grm. ab, kocht sie mehrmals mit Wasser aus, bringt die filtrirte Flüssigkeit auf 120 bis 150 Cubikcentim. zur Prüfung. Es ist auch hier wiederum zweckmässig, die Prüfung mehrmals zu wiederholen und aus den erhaltenen Resultaten das Mittel zu nehmen.

Enthält die Substanz zugleich Gallussäure, so wird die Flüssigkeit, aus oben angeführtem Grunde, nicht vollkommen klar, immerhin aber lässt sich die Fällung der Gerbsäure deutlich beobachten.

Bei der Prüfung dieser Lösung gegen andere Gerbsäuren wurde der Vers. leider in seiner Hoffnung, sie für alle gerbsäurehaltigen Substanzen benutzen zu können, einigermassen getäuscht. So verhalten sich die Gerbsäuren der meisten Blatter und Blumenblätter, der Rhabarberwurzel, der Farnkräuter, des Kaffee's, negativ. Es entstehen zwar die charakteristischen Färbungen, aber keine Fällungen. Wohl aber erhielt der Vers. die besten Resultate mit denjenigen Gerbsäuren, welche sich in den bekannten Gerbematerialien vorsinden.

Schliesslich fügt er noch einige Resultate, welche damit erhalten wurden, bei:

Eichenspiegelrinde enthielt = 13,2 Proc. Gerbsäure

Valonea . . . » = 32,4 » »

Dividivi » = 36,0 » »

Veroneser Sumach » = 17,8 » »

Braunes Catechu . » = 31,8 » »

(Im Auszuge aus Journal für prakt. Chemie.)

Ueber die Bestimmung des Blutlaugensalzes in den rohen Schmelzkuchen; von E.
Bohlig. — Sieht man sich nach den Methoden um, die
bekannt sind, das Ferrocyankalium zu bestimmen, so wird
man sofort seine Zuflucht zu der von Fresenius angegebenen nehmen, d. h. mittels übermangansauren Kalis
durch Titriren den Gehalt bestimmen. Wenn es sich nämlich darum handelt, dasselbe neben schwefelsaurem Kali,
Natron oder den Chlorüren, sowie neben Ferridcyankalium
zu analysiren, so lässt bekanntlich dieses Verfahren in
Bezug auf Kürze und Genauigkeit nichts zu wünschen übrig.

Anders aber verhält es sich mit der rohen Lauge der Schmelzkuchen, die neben genannten Salzen nach dem Ansäuern noch Schwefelcyankalium (Rhodankalium), resp. die Wasserstoffverbindung von Schwefelcyan enthält, welche die Lösung des übermangansauren Kalis augenblicklich zersetzt, so dass der Ferrocyankaliumgehalt stets viel zu hoch gefunden wird.

Ein wenig von einer Lösung des Schwefelcyankaliums wurde mit reiner Salzsäure angesäuert und mit Chamäleonlösung tropfenweise versetzt, bis die Farbe schwach in's Rothe spielte; es wurden verhältnissmässig grosse Mengen entfärbt; die Lösung reagirte nicht im geringsten mehr auf Eisenchlorid, es war das Rhodan also vollstandig zersetzt. Die saure Lösung gab mit Chlorbaryum einen beträchtlichen Niederschlag (von schwefelsaurem Baryt), und da die angewandten Reagentien vollständig frei von Schwefelsäure waren, so musste diese nothwendig durch Oxydation des Schwefels im Rhodan entstanden sein. Ein anderer Theil wurde mit Aetzkali versetzt, hierauf einige Tropfen einer Eisenoxyduloxydsalzlösung hinzugegeben und mit reiner Salzsäure wieder angesäuert, - es hinterblieb eine blaue Färbung der Flüssigkeit, die nach längerem Stehen einen schwachen Niederschlag von Berlinerblau absetzte.

Die freie Rhodanwasserstoffsäure wird also von übermangansaurem Kali in derselben Weise zersetzt, wie es von Chlor bereits bekannt ist. Der Schwefel wird zu Schwefelsäure oxydirt unter Freiwerden des Cyans, während die Flüssigkeit Manganoxydulsalz enthält.

Nach diesen Thatsachen erweist sich das übermangansaure Kali zum Titriren der Schmelzkuchenlauge als völlig unbrauchbar; es ist dem Verfasser wenigstens kein Verfahren bekannt, wie man das Rhodankalium auf eine leichte Weise vorher entfernen könne, ohne das sich in mancher Beziehung ähnlich verhaltende Ferrocyankalium mit zu afficiren. Der Verf. theilt dagegen nachstehend ein eigenes Verfahren mit, welches, frei von den genannten Mängeln, an Kürze jenem nicht nachsteht.

Von einer reinen Ferrocyankaliumlösung (im Liter genau 4 Grm.) werden 50 Cubikcentimeter (0,2 Grm.) mit einer Kupferlösung (10 Grm. im Liter) aus der Bürette vollständig gefällt, ohne einen Ueberschuss anzuwenden. Mittels eines Streifens Filtrirpapier, den man von Zeit zu Zeit in die braunrothe Flüssigkeit taucht und welcher, den den Niederschlag von Ferrocyankupfer zurückhaltend, das helle Filtrat einsaugt, wird der Zusatz von Kupferlösung bemessen. Anfangs wird dieser feuchte Papierstreifen, mit Eisenchloridlösung benetzt, tief dunkelblau, wobei man ohne Furcht grössere Mengen Kupferlösung auf einmal zusetzen kann; erst dann, wenn dieser Streifen beim Benetzen mit Eisenchloridlösung nur noch schwach gebläut wird, geschieht der Zusatz der Kupferlösung nach jedesmaligem Eintauchen tropfenweise, bis zum vollständigen Verschwinden der Reaction. Das sichere Treffen dieses Punktes bietet auch für den weniger Geübten keinerlei Schwierigkeiten. Man wird 14 Cubikcentimeter der Kupferlösung bedürfen, was auf der Flasche bemerkt wird.

Kupferlösung 14 Cubikcentimeter = 0,2 Grm. Ferrocyankalium. Mit dieser Lösung nun lässt sich eine Analyse leicht, sicher und mit Schnelligkeit ausführen, wenn man folgendermassen verfährt: Den zum Auflösen der Schmelzkuchen bestimmten Kessel misst man bis zu einem gewissen Punkt genau aus, gibt die bestimmte Anzahl Kuchen mit Wasser hinzu und füllt nach erfolgtem vollständigen Auflösen mit Wasser bis zu jenem bezeichneten Punkte nach, der den Inhalt in Litern angibt. Nach gehörigem Aufrühren werden in einem eigens dazu bestimmten Glase 50 Cubikcentimeter abgemessen, diese auf 250 Cubikcentimeter verdünnt, wovon nach dem Absetzen wiederum 50 Cubikcentimeter helle Lauge zur Analyse genommen werden. Auf diese Weise hat man ohne Filtration mit Genauigkeit 10 Cubikcentim. des Kesselinhalts. Man bringt diese Menge zum Kochen und versetzt mit kohlensaurem Bleioxyd, bis alle Schwefelmetalle zersetzt sind. Nach dem Abfiltriren des Schwefelbleis wird das Filtrat mit den Waschwässern auf 150 Cubikcentim. verdünnt und mit der titrirten Kupferlösung nach dem Ansäuern auf obige Weise das Ferrocyankalium ausgefallt.

Ist z. B. der Kesselinhalt 560 Liter, die verbrauchten Cubikcentimeter der Kupferlösung = x, so ist der Blutlaugensalzgehalt des Kessels

$$J = \frac{\frac{0.2 \, x}{14} \times 100 \times 560}{500} = 1.6 \times x$$

d. h. die Anzahl der verbrauchten Cubikcentimeter Kupferlösung mit 1,6 multiplicirt gibt den Inhalt in Pfunden.

Da das reine krystallisirte schweselsaure Kupseroxyd leicht abzuwägen und seine wässerige, mit einigen Tropsen Schweselsäure versetzte Lösung in gut verschlossenen Flaschen unveränderlich ist, so möchte sich dem übermangansauren Kali gegenüber auch hierin dem Praktiker schon mancher Vortheil herausstellen. (Polyt. Notizbl., 1861 Nr. 6.)

Probe auf Traubenzucker. — Mulder hat schon früher die alkalische Indigolösung als Probe auf Traubenzucker empfohlen. Am besten wird diese Probe auf folgende Weise ausgeführt. Man bringt in das Probirröhrchen zuerst die wässerige Lösung von Indigoblau in Schwefelsäure, fügt nun die traubenzuckerhaltige Flüssigkeit hinzu, kocht und setzt dann tropfenweise eine Lösung von kohlensaurem Kali oder Natron dazu, bis die Flüssigkeit etwas alkalisch ist. Bei Gegenwart von Traubenzucker tritt Eptfärbung ein, im anderen Falle bleibt die Lösung blau. (Chem. Centralbl.)

Braunsteinprüfung von B. Quadrat. — Der Braunstein wird sehr fein geriehen, von dem ausgetrockneten Pulver 100 Gran abgewogen und in einen geräumigen Kolben eingetragen. Hierauf wird die vierfache Menge (400 Gran) dünner blanker Kupferstreifen zugesetzt und mit der 7- bis 8fachen Quantität (700 bis 800 Gran) Salzsäure von 16° B., zusammengebracht, wobei das Kupfer aus der Flüssigkeit nicht hervorragen darf. Der Kolben

wird mit einem Korkstöpsel nicht lustdicht verschlossen, 1/4 Stunde lang geschüttelt und die Mischung nach Beseitigung des Pfropfens so lange über einer Weingeistlampe im Kochen erhalten, bis sie vollkommen entfarbt hat. Nach dem Erkalten werden die Kupferstreifen aus der Plüssigkeit heraus genommen, mit Wasser gut abgewaschen und nach dem Trocknen gewogen, wobei sie gegen die erste Wägung einen Gewichtsverlust zeigen. Genaue wiederholte Versuche haben ergeben, dass durch 100 Gewichtstheile Mangansuperoxyd 142 bis 143 Gewichtstheile Kupfer in Lösung übergeführt werden. Man hat demnach, nach der Ermittelung des Verlustes. den die Kupferstreisen durch die vorgenommene Prüfung des Braunsteins erlitten haben, eine Rechnung anzustellen, um die Menge des Mangansuperoxyds in dem geprüften Braunstein zu erfahren. Angenommen, dass ein solcher Versuch einen Verlust von 90 Gran Kupfer ergeben hatte, so wurde die Quantität des Mangansuperoxyds im Braunstein 63,3 Procent betragen, denn:

142:100=90; x. x=63,3.

Färberei, Zeugdruck.

Neue patentirte Verfahrungsarten zur Darstellung von Anilinviolett und Anilinroth.

> Von Dépouilly und Lauth in Clichy bei Paris. (Am 27. Juni 1860 in Frankreich patentirt.)

Um den violetten Farbstoff zu erhalten, behandeln wir eine Auflösung von einem Anilinsalz mit einer Auflösung von Chlorkalk: die ersten Tropfen der Chlorkalklösung veranlassen eine violette Färbung, und wenn man fortfährt, von diesem Reagens zuzusetzen, so bildet sich ein dunkelvioletter Niederschlag, welcher unsern Farbstoff fast in reinem Zustande darstellt.

Man sammelt ihn, wascht ihn mit schwach gesäuertem Wasser, und wenn das Waschwasser farblos bleibt, sammelt man den Niederschlag auf einem Filter und lässt ihn abtropfen.

Hernach behandelt man ihn mit einer concentrirten Säure, z.B. Schwefelsäure, und nachdem die Auflösung bewerkstelligt ist, fällt man das Produkt durch eine grosse Menge Wasser.

Das erhaltene Produkt ist alsdann hinreichend rein, um in den Handel gebracht werden zu können. Für die Zwecke der Färberei und Druckerei kann man es in Alkohol, Säuren oder Wasser auslösen.

Dieses Verfahren besitzt vor demjenigen mit chromsaurem Kali den grossen Vortheil, dass in das Product nicht eine Menge fremdartiger Substanzen (Harze, Chromoxydsalze etc.) eingeführt wird, welche das Ausziehen des Anilinvioletts sehr schwierig oder kostspielig machen.

Um den rothen oder violettrothen Farbstoff zu erhalten, nehmen wir salpetersaures Anilin und erhitzen es auf beiläufig 200° C. (In der Praxis wird man wohl stets einen mehr oder weniger beträchtlichen Ueberschuss von Anilin anwenden müssen.)

Nach Verlauf einer gewissen Zeit wird die Masse schön violettroth und kann direkt in den Handel gebracht oder ausgezogen und als Lösung verkauft werden.

Wenn man röthere Nüancen erhalten will, setzt man dem salpetersauren Anilin eine mehr oder weniger beträchtliche Menge Anilin (oder essigsaures, oxalsaures etc. Anilin) zu, je nach der beabsichtigten Nüance.

 Von C. Girard und G. Delaire, Chemiker an der kais. Münze zu Paris. (In Frankreich im Mai 1860 patentirt.)

Man bringt in einen Destillirapparat 12 Th. trockene Arsensäure und 12 Th. Wasser. Nachdem sich die Arsensäure vollständig in Hydrat verwandelt hat, setzt man 10 Th. Anilin zu, und vermischt das Ganze durch gahöriges Umrühren. Die Masse wird gleichartig, teigförmig, beinahe fest (in Folge der Bildung von arsensaurem Anilin).

Man erhitzt alsdann bei sehr gelindem Feuer, so dass die Temperatur allmälig erhöht wird.

Die Masse wird nun flüssig; es destillirt Wasser über, und nur eine sehr geringe Menge Anilin, wenn man die Operation gut geleitet hat. Nachdem die Temperatur von 120° C. erreicht wurde, ist ein grosser Theil des Anilins in Farbstoff verwandelt; man muss die Temperatur einige Zeit auf diesem Grade erhalten. Alsdann fahrt man fort zu erhitzen, indem man besorgt ist, niemals 160° C. zu überschreiten.

Die Dauer einer Operation beträgt 4 bis 5 Stunden.

Man erhält so eine vollkommen gleichartige Masse, welche über 100° C. flüssig ist. Beim Erkalten wird dieselbe fest, und stellt dann eine harte und spröde Substanz dar, welche den Reflex der Florentiner Bronze besitzt.

Diese Substanz ist in Wasser sehr löslich; sie ertheilt demselben eine rein rothe Farbe, ohne Beimischung von Violett, und von solcher Intensität, dass eine kochende und concentrirte Lösung schwarz erscheint.

Man kann mit diesem Product ohne Nachtheil direct färben, denn nach Versuchen der Genannten halten die Gewebe keine Spur von Arsenik zurück.

Uebrigens lässt sich dieses Product leicht von dem darin enthaltenen Arsenik durch eine der folgenden Verfahrungsarten befreien:

1) Man pulverisirt das Rohmaterial, behandelt es mit concentrirter Salzsäure und verdünnt dann mit Wasser. Die klare Auflösung sättigt man mit einem schwachen Ueberschuss von Aetznatron.

Der Farbstoff schlägt sich nieder, während der Arsenik im Alkali ausgelöst bleibt. Man wascht den Niederschlag einmal oder zweimal mit kaltem Wasser und braucht dann nur noch zu filtriren oder zu decantiren, um den Farbstoff ganz rein zu haben.

2) Man löst das Rohmaterial in Wasser auf und behandelt es mit einer seinem Gehalt an Arsenverbindungen entsprechenden Quantität gelöschten Kalks, von welchem man noch einen schwachen Ueberschuss zusetzt. Der Farbstoff wird gefällt, und auch die Arsenverbindungen werden als unauflösliche Kalksalze niedergeschlagen.

Man behandelt dann den Niederschlag und die Flüssigkeit, ohne dieselben zu trennen, mit Kohlensäure, Essigsäure oder Weinsteinsäure, welche den Farbstoff auflösen und den unauflöslichen Arsenik zurücklassen.

Nach diesem Verfahren gibt das Anilin beilaufig sein gleiches Gewicht rothen Farbstoff.

3. Von John Dale und Heinrich Caro in Manchester.
(Patentirt in England am 26. Mai 1860.)

Anilinviolett. – Zur Darstellung desselben erhitzt man 1 Aequivalent eines neutralen Anilinsalzes (schweselsaures, chlorwasserstoffsaures oder essigsaures etc. Anilin) mit 6 Aeq. Kupserchlorid, welches in einem dreissigmal so grossen Gewichte Wassers ausgelöst ist, als das des angewandten Anilins beträgt, und kocht die Mischung. Es entsteht hierdurch ein schwarzer oder dunkelvioletter Niederschlag, welcher den Farbstoff enthält. Man filtrirt und wäscht mit einer schwachen Lösung von kaustischem oder kohlensaurem Alkali so lange aus, bis alles lösliche Chlorid entsernt ist. Durch Kochen mit Wasser geht der Farbstoff in Lösung, der dann, durch ein caustisches oder kohlensaures Alkali gesällt, in Holzgeist gelöst und verwendet werden kann.

Beim Kochen mit Wasser bleibt ein Theil des dunklen Niederschlags ungelöst, man trocknet denselben bei 100° C. und zieht ihn mit Holzgeist von 0,95 spec. Gewicht aus. Man destillirt den Holzgeist wieder ab, schlägt den Farbstoff, wie vorher angegeben, nieder, und behandelt ihn wieder in der beschriebenen Weise.

Anilinroth. — Zur Darstellung desselben erhitzt man 2 Theile Anilin mit 2 Theilen trockenem, fein gepulvertem salpetersauren Blei bis zum Siedepunkt des Anilins (182° C.). Dann fügt man in kleinen Portionen unter beständigem Umrühren 1 Theil wasserfreie Phosphorsäure zu, indem man Sorge trägt, dass die Temperatur nicht über 193° C. steigt. In einer oder anderthalb Stunden ist die Einwirkung vollendet. Durch kochendes Wasser zieht man aus der Masse den Farbstoff aus und schlägt ihn aus der heiss filtrirten Flüssigkeit durch Kochsalz nieder. Die Lösung des (vorher bei 100° C. getrockneten) Niederschlags in Holzgeist ist zum Färben verwendbar.

Die Anwendung der wasserfreien Phosphorsäure bei der Fabrikation im Grossen ist jedoch nicht leicht thunlich, desshalb empfehlen die Patentträger folgende Aenderung des Verfahrens: 1 Theil Anilin wird mit trockenem Salzsäuregas gesättigt und dann mittelst eines Oelbades auf 193° C. so lange als oben angegeben erhitzt, indem man unter beständigem Umrühren in kleinen Portionen trockenes, gepulvertes, salpetersaures Blei zusetzt. Die weitere Behandlung der Masse ist die beschriebene.

(D. Dingl. polyt. Journal.)