

Aufbereitung von Uranrückständen.

Von

Dr. Laube.

Von den zu diesem Zwecke vorhandenen Vorschriften habe ich mehrere geprüft und fand hierbei die Reichardt'sche besonders vortheilhaft. Indessen habe ich dieselbe wesentlich vereinfacht und empfehle folgendes Verfahren.

Die bei den Titrationen von Phosphorsäure mittels Uranlösung abfallenden Flüssigkeiten werden in einem grossen Topfe unter zeitweiligem Abgiessen der darüber stehenden klaren Lösung so lange angesammelt, bis derselbe zu $\frac{2}{3}$ mit den uranhaltigen Niederschlägen angefüllt ist. Nun erhitzt man die breiige Masse entweder im Topfe selbst mit directem Dampf oder in einem eisernen Kessel über freiem Feuer zum Sieden und setzt solange gewöhnliche Krystalsoda zu, bis der Niederschlag im Wesentlichen gelöst erscheint. Ohne zu filtriren, fügt man nach dem Erkalten der Flüssigkeit soviel Ätzammon zu, dass sie deutlich darnach riecht, hierauf unter Umrühren so lange von einer aus gleichen Theilen Ammonsulfat und Magnesiumsulfat bestehenden Mischung, bis alle Phosphorsäure als phosphorsaure Ammonmagnesia gefällt ist. Nachdem sich die Flüssigkeit nach etwa 12 Stunden geklärt hat, hebert man dieselbe ab. Den Rückstand wäscht man unter wiederholtem Abgiessen mit ammoniakalischem Wasser aus, filtrirt die Waschwässer und bringt den Rückstand zuletzt auf's Filter.

Die vereinigten alkalischen Flüssigkeiten

Wasser durch Decantiren leicht auswaschen, später muss man dem Waschwasser eine geringe Menge eines Ammonsalzes zufügen, weil sich sonst der Niederschlag nicht vollständig absetzt.

Nach beendetem Auswaschen kann der Niederschlag, falls man Urannitrat wünscht, in einem Überschuss von Salpetersäure gelöst werden. Aus der durch Eindampfen concentrirten Lösung scheiden sich Krystalle aus, welche man auf einen Trichter sammelt und mit wenig kaltem Wasser deckt. Das so erhaltene Salz ist chemisch rein, enthält vielleicht Spuren von Chlor, Schwefelsäure und Ammoniak. Das Ammon und andere Verunreinigungen befinden sich in der Mutterlauge, die man am besten bis zur nächsten Aufbereitung aufbewahrt.

Chem. Fabrik Pommerensdorf bei Stettin.

Analysen zweier rechtsdrehender Naturhonige.

Von

Dr. Carl Amthor und Dr. Jacob Stern.

Der eine von uns veröffentlichte in „Berichte über die sechste Versammlung der Freien Vereinigung bayerischer Vertreter der angewandten Chemie“ Analysen dreier rechtsdrehender Naturhonige, welche ein dextrinartiges Kohlehydrat enthielten.

Zur Ergänzung führen wir hier noch zwei weitere Analysen ähnlicher Elsässer Honige an.

	Neuweiler im Steinthal ¹⁾	Oberelsass
Spec. G. der Lösung (1:2)	—	1,1245
Drehung der 10 proc. Lösung	+ 10,7° Laurent	+ 10,26° Laurent
nach dem Vergären	+ 6,36° -	+ 11,07° -
und Verzuckern	—	+ 4,09° -
Invertzucker	57,878	62,39
Rohrzucker	12,1609	5,0255
Dextrinartiges Kohlenhydrat	6,1209	Dextrin 9,03
Asche	0,6310	0,7722
Phosphorsäure	0,0625	—
Stickstoff	0,0826	0,0465
Dextrin berechnet aus dem Traubenzucker nach der Drehung	—	9,00
Gewichtsanalyse	—	9,07

¹⁾ Augusternte 1887, 500 bis 600 m über dem Meere, rings von Tannenwald umgeben.

werden jetzt in geräumigen, zur Hälfte damit angefüllten Töpfen mit Salz- oder Schwefelsäure neutralisiert und durch Kochen von gelöster Kohlensäure vollständig befreit. Nun fällt man siedend heiß das Uran mit Ätzammon als Uranoxyd-Ammon. Der Niederschlag lässt sich anfangs mit heissem

Beide Honige drehen ziemlich stark rechts. Zur näheren Untersuchung des unvergärbaren rechtsdrehenden Körpers diente der Honig aus Oberelsass.

Zuerst machten wir einen Versuch zur quantitativen Bestimmung des Dextrins durch Überführung in Zucker.

Zu diesem Zwecke wurden 44,9655 g Honig in etwa 300 cc Wasser gelöst, mit Hefe versetzt und vergären gelassen. Es wurde hierauf von der Hefe abfiltrirt und das Filtrat auf 200 cc gebracht. Die Drehung der vergohrenen Flüssigkeit wurde im 200 mm-Rohr mittels Laurent'schen Halbschattenapparates bestimmt und ergab + 24,9°.

Zur Überführung des Dextrins in Zucker wurden 100 cc der Flüssigkeit mit 10 cc Salzsäure 3 Stunden lang im Wasserbade erhitzt. Die Drehung der wieder auf 100 cc aufgefüllten Flüssigkeit ergab 9,21° entsprechend 2,2490 Proc. Dextrose.

Eine gewichtsanalytische Bestimmung des Zuckers nach Allihn in der verzucker-ten Flüssigkeit ergab 2,266 Proc. Dextrose.

Da nach der Drehung 2,249, nach der Gewichtsanalyse 2,266 Proc. Dextrose gefunden wurden, so ergibt sich, dass durch Verzuckerung des rechtsdrehenden Körpers sich wirklich Traubenzucker gebildet hatte und somit der Honig Dextrin enthielt.

Einen ferneren Beweis, dass hier Dextrin vorliegt, haben wir durch die Darstellung des Phenylglycosazons aus dem erhaltenen Zucker erbracht. Zur Darstellung des Dextrins liessen wir eine grössere Menge Honig in verdünnter Lösung vergären. Die abfiltrirte Flüssigkeit gab nach starkem Einengen im Wasserbade einen braunen, zäh-flüssigen Syrup, welcher das Dextrin in unreinigtem Zustand enthielt. Der Syrup wurde in wenig Wasser gelöst und mit Phosphorwolframsäure (1 : 2 und 5 Proc. H_2SO_4) in geringem Überschusse versetzt, dieser dann mit Barytwasser und dieses mit Schwefelsäure entfernt. Jetzt versetzten wir die eingeengte Flüssigkeit mit Bleiessig im Überschuss. Es wurde hierauf filtrirt und in das Filtrat Schwefelwasserstoff zur Entfernung des Bleis eingeleitet.

Die vom Schwefelblei abfiltrirte Flüssigkeit wurde auf dem Wasserbade zum dünnen Syrup eingedampft und 200 cc 90 proc. Alkohol zugefügt.

Es blieb das Dextrin in Lösung.

Die dextrinhaltige, filtrirte, alkoholische Lösung hinterliess nach dem Abdestilliren des Alkohols das Dextrin als braunen Syrup. Zur Entfärbung wurde letzterer mehrmals in wässriger Lösung mit Thierkohle aufgekocht, filtrirt und hierauf zum Syrup eingedampft. Nach längerem Stehen im Exsiccator hinterblieb eine gelblich gefärbte, spröde, amorphe Masse. Sie ist äusserst hygroscopisch, in Wasser sehr leicht löslich, löslich in verdünntem Alkohol, unlöslich in absolutem Alkohol und Äther. Die wässe-

lige Lösung reducirt sehr schwach Fehling'sche Lösung.

Auf eine weitere Reinigung des Dextrins verzichteten wir und gingen zur Darstellung des aus ihm durch Verzuckerung entstehenden Traubenzuckers über.

5 g Dextrin wurden in 200 cc Wasser gelöst, mit 20 cc Schwefelsäure (1 : 5) versetzt und etwa 3 Stunden im Wasserbade erhitzt. Die Schwefelsäure wurde durch kohlensaures Baryum entfernt. Die vom Niederschlage abfiltrirte Flüssigkeit wurde zum Syrup eingeengt und mehrmals mit Alkohol ausgezogen. Nach dem Abdestilliren des Alkohols hinterblieb ein bräunlicher Syrup, welcher durch öfters Behandeln in wässriger Lösung mit Thierkohle entfärbt wurde. Die entfärbte wässrige Flüssigkeit hinterliess einen schwach gelblich gefärbten Syrup, der nach längerem Stehen über Schwefelsäure körnig krystallisch wurde.

Er ist leicht löslich in Wasser und reducirt stark Fehling'sche Lösung. Zum Nachweis, dass diese krystallinische Verbindung Traubenzucker ist, stellten wir das Phenylglycosazon daraus dar.

1 g des so erhaltenen Zuckers, 2 g salzaures Phenylhydrazin, 3 g essigsaurer Natrium und 20 g Wasser wurden im Wasserbade erwärmt. Es schied sich im Wasserbad das Osazon aus. Dasselbe wurde aus Alkohol umkristallisiert, in kleinen gelben Nadelchen vom Schmelzpunkte 204 bis 205° erhalten.

Somit ist der Zucker Dextrose und die Anwesenheit eines Dextrins im Naturhonig erwiesen.

Wir bemerkten schliesslich noch, dass in der Nähe der Productionsorte der Honige sich keine Fabriken von Kartoffelzucker befinden.

Die Aschen der Honige waren stark manganhaltig und dunkelgrün.

Der eine von uns machte die Beobachtung, dass die süsse Würze in einer Bierbrauerei vorzüglich im Herbst mit Vorliebe von den Bienen aufgesucht wurde. Es ist leicht möglich, dass auf diese Weise dextrinhaltige Honige erzeugt werden.