

Fühlung haben mit denjenigen Interessen, die hier in Frage kommen, und wir sind fortwährend sehr lebhaft im Gange, durch Verkehr und durch Rückfragen an die beteiligten Herren uns darüber zu vergewissern, welchen Weg wir zu gehen haben. Diese Verhandlungen schweben noch, und es lässt sich augenblicklich noch nicht sagen, zu welchem Ergebniss sie führen werden; aber das kann ich dem Herrn Abgeordneten Dr. Böttlinger als gewiss versprechen — das weiss er auch —, dass wir, was in unseren Kräften steht, thun, um diese Interessen zu fördern. Und er hat es ja selbst erfahren, unser elektro-chemisches Institut Göttingen steht einzig in der Welt da und kann mit jedem andern in der ganzen Welt die Concurrenz aus halten. Ebenso steht es auch mit unserem elektro-lytischen Laboratorium in Aachen, was ganz eminente Resultate gezeigt hat. Dem entspricht auch der Ruf, den unsere Anstalten haben, und wir können wirklich im ganzen Grossen, glaube ich, sehr dankbar sein, dass wir die Kräfte im Universitätsdienst und im Dienst der technischen Hochschulen haben, die der chemischen Wissenschaft und der chemischen Technik bei uns den Glanz verliehen haben, dessen sie sich erfreuen. Meine Herren, wir werden fortfahren, unser ganzes Interesse diesen Dingen zuzuwenden, und ich zweifle gar nicht daran, dass wir auch zu immer besseren Resultaten kommen werden.“

Patentanmeldungen.

Klasse:

(R. A. 24. Februar 1898.)

- 8. E. 5509. Färben von Haaren mittels p-Diamidodiphenylamin; Zus. z. Pat. 92006. — E. Erdmann, Halle a. d. S. 19. 7. 97.
- 10. K. 15 970. Torfgewinnungsmaschine. — Al. Karnat, Riga. 20. 12. 97.

- 12. A. 5231. Darstellung von Eisen-Eiweißpräparaten. — Anilinöl-Fabrik A. Wülfing, Elberfeld. 12. 5. 97.
- 22. D. 8170. Darstellung eines Baumwolle direct färbenden Farbstoffes aus $a_1 a_4$ -Dinitronaphthalin a_2 -sulfosäure. — Dahl & Co., Barmen. 12. 4. 97.
- G. 10 535. Ersatzmittel für Bleiweiß. — S. Ganelin, Philadelphia. 28. 4. 96.
- G. 11 126. Darstellung von Farbstoffen der Malachitgrüne Reihe mittels Benzaldehyd-2.4-disulfosäure; Zus. z. Pat. 89 397. — Joh. Rud. Geigy & Co., Basel. 2. 1. 97.

(R. A. 28. Februar 1898.)

- 8. F. 10 144. Erzeugung echter brauner bis braunschwarzer Färbungen mittels Naphtol und Tetrazocarbazol. — Farbwerke vorm. Meister Lucius & Brüning, Höchst a. M. 28. 8. 97.
- 12. R. 11 309. Darstellung von wasserlöslichen Verbindungen des Caseins gemäss Patent No. 89 142. — M. Riegel u. J. Ad. Rose, Köln a. Rh. 10. 7. 97.
- 22. F. 9109. Darstellung von basischen Polyazofarbstoffen aus Amidoammoniumbasen; Zus. z. Pat. 95 530. — Farbwerke vorm. Meister Lucius & Brüning, Höchst a. M. 26. 5. 96.
- K. 15 691. Darstellung schwefelhaltiger Farbstoffe aus Naphtalinpolysulfosäuren. — Kalle & Co., Biebrich a. Rh. 29. 9. 97.
- Sch. 12 459. Darstellung von direct färbenden Polyazofarbstoffen. — H. Schneider, Gerdauen, Ostpr. 27. 3. 97.
- 26. D. 7288. Acetylengasentwickler. — P. Dreske, Berlin. 13. 1. 96

(R. A. 3. März 1898.)

- 12. A. 5325. Darstellung von Glycerinüthern des p-Acetamidobenzois. — J. Altschl, Dresden-A. 20. 7. 97.
- 22. V. 2683. Darstellung rother Triphenylmethanfarbstoffe. — J. Ville, Montpellier, Frankr. 22. 7. 96.
- V. 2697. Darstellung schwarzer schwefelhaltiger Baumwollfarbstoffe. — H. R. Vidal, Paris. 13. 8. 96.

(R. A. 7. März 1898.)

- 12. R. 11 146. Herstellung von borsauren Salzen. — Rickmann & Rappe, Kalk bei Köln. 13. 5. 97.
- 22. C. 6737. Herstellung eines in Wasser löslichen Körpers aus Borax und Colophonium oder Fichtenharzen. — Chemische Fabrik H. Noerdlinger, Flörsheim a. Main. 8. 4. 97.

Verein deutscher Chemiker.

Sitzungsberichte der Bezirksvereine.

Hamburger Bezirksverein.

Sitzung am 23. Februar 1898. Vorsitzender Dr. Glinzer. Dr. M. Allhausse sprach über

Indigo-Analyse.

In No. 2 der Chemzg. vom 5. Januar 1898 findet sich eine Notiz über Indigoanalyse von J. Brandt, nach welcher die Bestimmung in der Weise vorgenommen werden soll, dass eine abgewogene Menge Rohmaterials mit Anilinöl erschöpfend ausgekocht, das Lösungsmittel entfernt und das reine Indigoitin gewichtsanalytisch bestimmt werden soll. Diese Methode hat, wie Brylinsky in demselben Blatte hervorhebt, mehrere Fehlerquellen, die zwar in entgegengesetzter Richtung verlaufen, ohne sich aber gegenseitig aufzuheben. Denn bei längerer Einwirkungsdauer zersetzt das Anilinöl einen Theil des Indigoitins, und dann auch kann man aus dem auf diese Weise gereinigten

Indigoitin niemals ganz die letzten Spuren des Anilinöls durch Waschen mit Säuren oder Alkohol entfernen. Eine weitere Gefahr liegt darin, dass Anilinöl für sich beim längeren Erhitzen schon eine, wenn auch geringe, Zersetzung erleidet, indem harzförmige Substanzen entstehen, welche in Säuren unlöslich sind. Die Resultate einer solchen Bestimmung würden zu hoch ausfallen.

Es hat dann Brylinsky vorgeschlagen, das Anilinöl durch Eisessig zu ersetzen. Die Resultate, welche er hiermit gewonnen hat, sollen absolut sicher sein. Welche Einwirkung aber der Eisessig auf die das Indigoitin begleitenden und einen wesentlichen Factor desselben ausmachenden Verunreinigungen ausübt, ist nicht bekannt. Aus der kurzen Notiz Brylinsky's geht nicht deutlich genug hervor, ob seine auf diese Weise gewonnenen Producte auch das richtige Färbe-

vermögen besitzen. Und zur Beurtheilung der Brauchbarkeit einer Indigoanalyse ist es aber absolut unerlässlich, dass eine Prüfung auf den Färbewerth hiermit Hand in Hand geht. Da nun der werthvollste Bestandtheil des Indigos stets das Indigotin sein wird, so wird auch die Feststellung des Gehaltes an solchem bei der Beurtheilung nothwendigerweise stets von hervorragender Bedeutung sein. Indessen, und das ist wichtig, reicht die Feststellung des Indigotingehaltes allein nicht aus für eine sachgemäße Beurtheilung irgend eines Indigorohmateriales. Die Natur der Verunreinigungen muss stets in Betracht gezogen werden. Welche grosse Wichtigkeit dieser Factor hat, hat man wohl schon lange anerkannt, ohne eigentlich einen bestimmten Grund hierfür angeben zu können. Man hat eben nur den Aufbereitungsmethoden den grösseren Werth beigelegt, die weniger eine bessere Ausbeute als vielmehr bessere Ausfärbungen lieferten. Erst der Neuzeit ist es vorbehalten gewesen, einiges Licht hierüber zu verbreiten. Nachdem durch die Badische Anilin- und Soda-fabrik synthetischer Indigo in grosser Reinheit in den Handel gebracht wird, war man in der Lage, den Unterschied und die bieraus entspringenden Folgen erklären zu können. Man hat erkannt, dass Indigleim und Indigroth beim Färbe-process eine sehr bedeutende Rolle spielen. Um den synthetischen Indigo gegenüber dem natürlichen concurrenzfähig zu machen, hat die Badische Anilin- und Soda-fabrik auch schon angefangen, ihrem künstlichen Producte jene fehlenden Theile, so z. B. Indigleim u. dgl. zu incorporiren.

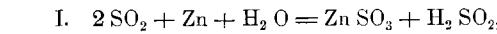
Dr. Lang ist der Ansicht: „ohne Indigroth in der Küpe gibt es kein gut fixirtes Indigblau auf der Faser.“

Nach dem eben Gesagten wird man es begreiflich finden, dass alle Bestimmungsmethoden, welche auf einer Oxydation beruhen, gänzlich unsichere Resultate in Bezug auf den Gehalt an Indigotin liefern müssen. In No. 100 der Chemzg. spricht sich Dr. Grossmann ebenfalls ganz entschieden gegen diese Methode aus. Es sollten daher für die Zwecke der Technik nur allen den Bestimmungsmethoden ein Werth beigemessen werden, welche neben einer genauen zuverlässigen Bestimmung des Indigotingehaltes auch ermöglichen, den Verunreinigungen genügend Rechnung zu tragen. Bei der Oxydation müssen die Resultate stets zu hoch ausfallen, da die Verunreinigungen mitwirken. Einen Anhaltspunkt für das Mengenverhältniss zwischen Indigotin und Verunreinigungen bietet diese Methode aber nicht. Ver-

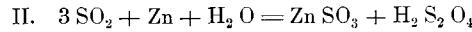
gleichende Bestimmungen nach der Oxydationsmethode und der nachfolgend beschriebenen Reductionsmethode haben Unterschiede bis zu 8 Proc. ergeben.

Eine Methode, welche die angeführten Fehler vermeiden will, und nach welcher ein Product erhalten wird, welches den Anforderungen des Färbe-processes vollauf gerecht wird, besteht in der Bestimmung des Indigos mittels hydroschwefliger Säure bez. deren Calciumsalz unter Luftabschluss.

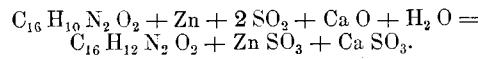
Die hydroschweflige Säure ist schon von Bernthsen und Schützenberger wissenschaftlich bearbeitet worden. Die Ansichten beider Forscher stehen aber nicht mit einander im Einklang. Die Säure entsteht durch Einwirkung von Zn auf wässrige schweflige Säure und ist in freiem Zustande weniger beständig. Am besten bedient man sich ihrer Salze. Schützenberger formulirt folgendermaassen:



während Bernthsen schreibt



Für die nachstehend zu beschreibende Methode kommen die nach Formel I zu berechnenden Werthe zur Anwendung. Indigo reagirt mit hydroschwefliger Säure folgendermaassen:



Für diese Methode kommt nun in erster Linie in Betracht, in welcher Concentration die schweflige Säure angewandt wird, bei welcher Temperatur und wie lange sie einwirken soll. Indigotin erleidet nämlich unter gewissen Bedingungen, so z. B. bei längerer Einwirkungsdauer, sowie bei grossem Überschuss an hydroschwefliger Säure eine langsame Zersetzung. Da nun der Indigotingehalt bei den verschiedenen Sorten ein sehr schwankender ist, wird man gut thun, vorher eine jede Probe einer annähernden Schätzung zu unterwerfen. Bei einiger Übung kann man eine ziemliche Sicherheit erlangen.

Als Reductiongefäß verwendet man ein kleines dickwandiges Rundkölbchen von etwa 150 bis 200 cc Inhalt und sehr weitem Hals. Die Öffnung verschliesst man mit einem 3 mal durchbohrten gut schliessenden Gummipropfen. In das mittlere Loch führt man ein breites, sich am oberen Ende cylindrisch trichterförmig erweiterndes Füllrohr so weit ein, dass das untere Ende ein wenig in das Kölbchen hineinragt. Die trichterförmige Erweiterung wird durch einen Gummistopfen, welcher mit einem Glashahn versehen ist, verschlossen. Die zweite der drei oben-

genannten Öffnungen dient dazu, ein bis eben zur unteren Fläche des Stopfens reichendes kurzes knieförmiges Gaszuleitungsrohr aufzunehmen. Durch einen mit Quetschhahn versehenen Gummischlauch verbindet man sie mit einer Handgummipumpe, welche unter Zwischenschalten eines Stossregulators an die Gasleitung angeschlossen ist. Durch das dritte Loch führt man bis zum Boden des Kölbchens eine Glasröhre, welche man zweckmässig mit einem Stückchen Schlauch am unteren Ende überzieht. Das nach aussen gekehrte Ende wird durch einen vermittels Quetschhahn ebenfalls abzuschliessenden Gummischlauch mit der Filtrirvorrichtung verbunden. Diese besteht aus einem messingenen Trichter mit Bodensieb, auf welchem ein angefeuchtetes Tuchfilter liegt. Der Trichter ist durch eine Schraubenvorrichtung luftdicht mit einem Deckel zu verschliessen, welcher in seiner Mitte eine Öffnung trägt, durch welche die zu filtrirende Reductionsmasse aus dem Kölbchen hineingeprumpt wird. Das Kölbchen selbst steht in einem auf etwa 60° gehaltenen Wasserbade.

In einem kleinen tarirten Bechergläschen wägt man nun genau 5 g staubförmigfein gepulverten Indigos ab und röhrt diesen mit warmem Wasser zu einem gleichmässigen dünnen Brei an. In das Kölbchen bringt man 1,5 g Zinkstaub und etwa 35 cc wässrige schweflige Säure von etwa 6 Proc. Gehalt an SO₂. Unter Umschütteln mischt man gut und gibt sofort so viel eines dünnen Kalkbreies zu, dass die Mischung alkalisch reagirt. Hierauf gibt man durch das Füllrohr den Indigo zu, spült gut mit Wasser nach, schliesst das Trichterrohr mit dem Stopfen fest zu, öffnet den Glashahn

und pumpt nun so lange Gas in den Apparat, bis durch den Glashahn alle Luft entwichen ist. Die zur Filtrirvorrichtung hinführende Leitung bleibt natürlich hierbei geschlossen. Ist alle Luft verdrängt, so schliesst man die Gasleitung ab und überlässt das Kölbchen unter häufigem Umschütteln bei etwa 60° sich selbst. Nach etwa 20 Minuten ist die Reduction beendet, was man dadurch erkennt, dass die Farbe sich nicht mehr ändert. Man öffnet nun beide Quetschhähne und pumpt den Inhalt in den Trichter. Eine untergestellte geräumige Schale nimmt die bereits theilweise oxydierte Küpe auf. Durch öfters Nachgeben von warmem Wasser sucht man Kölbchen und Filter möglichst auszuwaschen. Da dies sich durch theilweise eingetretene Oxydation aber nicht ganz erreichen lässt, so setzt man in dem Kölbchen eine kleine Nachreduction an und pumpt diese in den Trichter. Der Inhalt des Trichters wird so lange nachgewaschen, als sich noch vermittels eines Stückchens Filtrirpapier Küpe nachweisen lässt. Diese wird nun in der Weise oxydiert, dass man mit einem Glasstäbe, welcher an die Luftleitung angeschlossen ist, so lange darin herumröhrt, bis keine Küpe mehr vorhanden ist. Man gibt nun so viel chemisch reine Salzsäure zu, dass die Flüssigkeit sauer reagirt, kocht einmal auf und filtrirt durch gewogene Filter. Mit heissem Wasser wäscht man aus, so lange als noch Chlorreaction eintritt. Die bei 100° getrockneten Filter mit Indigo werden dann nach eingetretener Gewichtsconstanz in geeigneten Wäeggläschchen gewogen. Die nach dieser Methode gewonnenen Resultate sind durchaus zuverlässig und stimmen mit den Ausfärbungen überein.

Zum Mitgliederverzeichniss.

Als Mitglieder des Vereins deutscher Chemiker werden vorgeschlagen:

Dr. W. Cavallo, Chemiker der Firma G. Siegle & C°, Stuttgart, Rothebühlstr. 103 (durch Dr. Bopp). **W. Richard Edlich** (i. F.: Edlich & Weisse), Fabrikbesitzer, Colln (-Elbe-) Meissen (durch Dr. Goldberg). **Dr. Arthur Eichengrün**, Adr. Farbenfabriken vorm. Friedr. Bayer & C°, Elberfeld (durch Dr. Duisberg). Rh.

Dr. Friedrich Immel, Chem. Fabrik von H. Zwieger, Zwickau (durch Dr. E. Falck).

Karl Jung, Assistent bei Dr. S. Bein, Berlin W., Königgrätzerstr. 43 (durch Dr. S. Bein). B.

Dr. Kuhlmann, Chemiker in Neu-Stassfurt bei Stassfurt (durch Dr. H. Precht). S.-A.

Dr. Alex Meyer, Chemiker, Charlottenburg, Spandauerstr. 38 (durch Dr. Heffter). B.

C. L. Steindecker, Farbenfabrik, Berlin SW., Halleschestr. 4 (durch Dr. Heffter). B.

Gesammtzahl der Mitglieder 1540.

Der Vorstand.