

# Zeitschrift für angewandte Chemie

I. Band, S. 101—112

Aufsatzteil

14. März 1916

## Zweiter öffentlicher Bericht der „Echtheitskommission“

der Fachgruppe für Chemie der Farben- und Textilindustrie  
im Verein deutscher Chemiker.

(Eingeg. 1./2. 1916.)

Der erste öffentliche Bericht erschien im Februar 1914, ziemlich gleichzeitig in der Angew. Chem. (27, I, 57 [1914]), in Lehn's Färberzeitung (25, Nr. 3 u. 4), in der Chemikerzeitung (38, 154, [1914]) und in der Deutschen Färberzeitung (50, 300ff.).

Am 20./5. 1914 fand in Eisenach eine Sitzung des Arbeitsausschusses statt (die letzte vor Kriegsausbruch), bei welcher zu den Echtheitsprüfungen zu Ia, Ib, II und 18 die noch fehlenden Ergänzungen gemacht, beraten und angenommen wurden. Diese sind in den nachfolgenden Text aufgenommen.

### Prüfungsmethoden, Normen und Typen.

I. **Lichteinheit**<sup>1)</sup>. Die Lichteinheit wurde auf acht Normen ausgedehnt.

Die Prüfungen sind parallel hinter Glas und im Freien auszuführen.

#### 1a. Lichteinheit gefärbter Baumwolle.

Die Prüfung erfolgt in der Weise, daß die Proben neben den auf Strang oder Stück ausgefärbten Typen in einem im Freien hängenden Kasten unter Glas aufgehängt werden, und zwar so, daß die Färbung, zur Hälfte mit Papier oder Karton zugedeckt, exponiert wird.

Mit I wird die niedrigste, mit VIII die höchste Echtheitsstufe bezeichnet.

NB. Bei Garnen und Stoffen ist zu berücksichtigen, daß die Appretur schützend auf die Färbung einwirkt, und so die appretierten Stoffe immer eine höhere Lichteinheit besitzen, als die unappretierten.

#### Typen<sup>2)</sup>:

I. <sup>3)</sup> 5% Chicagoblau 6B (424), gefärbt eine Stunde kochend mit 20 g Glaubersalz kryst. im Liter. (Das hierbei verdampfte Wasser wird während des Färbens ersetzt.) Nach einstündigem Färben werden weitere 20 g Glaubersalz kryst. im Liter zugegeben, noch  $\frac{1}{4}$  Stunde weiter gekocht, dann abgequetscht und in kaltem Wasser gespült.

II. 0,8% Methylenblau BG (659). Die Baumwolle wird gebeizt in der 20fachen Flottenmenge mit 3% Tannin, indem man in das 60° warme Bad eingeht und in dem erkaltenden Bade 3 Stunden beläßt; dann wird abgequetscht, in kaltem Bade mit 1½% Antimonsalz während  $\frac{1}{2}$  Stunde fixiert und gut gespült. Man färbt hiernach  $\frac{1}{2}$  Stunde kalt unter Zusatz von 2% Essigsäure und erwärmt dann während  $\frac{1}{4}$  Stunde auf 80°; darauf wird gespült.

III. 1% Indoinblau R in Pulv. (126), <sup>2)</sup>gefärbt auf mit 3% Tannin und 1,5% Antimonsalz vorgebeizter Ware wie bei II angegeben.

IV. 20% Kryogenviolett 3R (BASF), 1 Stunde kochend gefärbt mit der 1½fachen Menge kryst. Schwefelnatrium vom Farbstoffgewicht, 3 g Soda calc. und 20 g

Kochsalz im Liter. (Das hierbei verdampfte Wasser wird während des Färbens ersetzt.) Nach einstündigem Färben werden weitere 20 g Kochsalz im Liter zugegeben, noch  $\frac{1}{4}$  Stunde weiter gekocht, dann wird abgequetscht und in lauwarmem Wasser gespült.

V. 2,5% Benzolichtrot 8BL (By), gefärbt wie für Chicagoblau 6B unter I angegeben.

VI. 10% Hydronblau G Teig 20%ig (748), gefärbt mit 5% Natronlauge von 40° Bé. und 5% Hydrosulfit konz. Pulver  $\frac{3}{4}$  Stunde bei 60°, abgequetscht und in warmem Wasser gut gespült.

VII. 8% Schwefelschwarz Textra (720), gefärbt wie unter IV für Kryogenviolett angegeben.

VIII. 25% Indanthrenblau GC in Teig (843), gefärbt mit 12 ccm Natronlauge von 40° Bé. im Liter Flotte und 6,25% Hydrosulfit konz. Pulver  $\frac{3}{4}$  Stunde bei 50°, abgequetscht, gespült und in schwach mit Schwefelsäure angesäuertem Bad 10 Min. abgesäuert, wieder gut gespült und  $\frac{1}{2}$  Stunde mit 10 g Marseillerseife im Liter kochend heiß ge-seift.

#### 1b. Lichteinheit gefärbter Wolle.

Die Prüfung erfolgt genau wie unter Ia „Lichteinheit gefärbter Baumwolle“ angegeben. Bei Tuchen und Geweben, an die hohe Echtheitsansprüche gestellt werden, empfiehlt es sich, die Färbungen nicht nur unter Glas, sondern auch im Freien aufgehängt zu prüfen.

#### Typen<sup>4)</sup>:

I. 3% Indigotine Ia in Pulver (877), gefärbt unter Zusatz von 10% Glaubersalz kryst. und 10% Weinsteinpräparat, 1 Stunde kochend.

II. 1,5% Ponceau RR (82), gefärbt mit 10% Glaubersalz kryst. und 10% Weinsteinpräparat, 1 Stunde kochend.

III. 2,75% A marant (168), gefärbt wie II.

IV. 4,5% Azosäurerot B (64) gefärbt wie II.

V. 5% Säureviolett 4RN (BASF), gefärbt mit 10% Glaubersalz kryst. und 3% Essigsäure; bei 40° beginnend in 20 Min. zum Kochen bringen, 1 Stunde schwach kochen, dann mit 2—3% Schwefelsäure das kochende Bad erschöpfen.

VI. 2,5% Diaminechtrot F (343), gefärbt mit 10% Glaubersalz kryst. und 5% essigsauerm Ammon; bei 40° beginnend in 30 Min. zum Kochen bringen und  $\frac{3}{4}$  bis 1 Stunde kochen; nach  $\frac{1}{2}$ stündigem Kochen das Bad mit 1—3% Essigsäure erschöpfen, hierauf auf 70° abkühlen, 1% Chromkali zugeben und noch 20 Min. schwach kochen.

VII. 4% Anthrachinongrün GXN (864), gefärbt wie für Säureviolett unter V angegeben.

VIII. Indigo (874) in der Tiefe einer Färbung von 2,4% Sulfoncyanin GR extra (257).

Oder:

7% Naphtholgrün B (4), gefärbt unter Zusatz von 10% Glaubersalz kryst. und 10% Weinsteinpräparat; bei 50° beginnend in 40 Min. zum Kochen bringen und 1 Stunde schwach kochen.

#### 2a. Wascheinheit und Kocheinheit gefärbter Baumwolle neben weißer Baumwolle.

Die Prüfung erfolgt in folgender Weise:

A. Die Probe, mit der gleichen Menge weißer abgekochter Baumwolle verflochten, wird in 50fachen Flottenmenge behandelt: eine halbe Stunde bei 40° mit 2 g Marseillerseife im Liter Wasser. Dann zehnmal im Handballen mit den Fingern in der Weise ausgedrückt, daß das Zöpfchen jedesmal in die Flotte eingetaucht, herausgenommen und ausge-

<sup>4)</sup> Das Färben erfolgt in 40fachen Flottenmenge vom Gewicht des zu färbenden Materials, und zwar in destilliertem Wasser.

<sup>1)</sup> Die hinter den Typfarbstoffen in Klammer eingefügten Zahlen beziehen sich auf die Farbstofftabellen von G. Schultz, 5. Aufl., Berlin 1914.

<sup>2)</sup> Die Typen werden auf Garn oder Stück mit destilliertem Wasser in der 20fachen Flottenmenge vom Gewicht der Baumwolle gefärbt.

<sup>3)</sup> Anmerkung des Schriftführers: Die Typen I—IV befinden sich noch in Prüfung durch den Arbeitsausschuß der Echtheitskommission, insbesondere Typ II.

drückt wird. Zum Schluß wird die Probe in kaltem Wasser gespült und getrocknet.

B. Mit 5 g Marseillerseife und 3 g calc. Soda im Liter Wasser eine halbe Stunde kochen (100°), dann in einer halben Stunde auf 40° abkühlen lassen und in gleicher Weise zehnmal ausdrücken und behandeln wie bei A beschrieben.

## Normen:

## Typen:

I.  
Nach A behandelt: Färbung nur wenig heller, weiße Baumwolle angefärbt.

II.  
Nach A behandelt: Färbung unverändert, weiße Baumwolle nicht oder nur spurweise angefärbt.

III.  
Nach B behandelt: Färbung wesentlich heller, weiße Baumwolle nur schwach angefärbt.

IV.  
Nach B behandelt: Färbung unverändert, mitgewaschene weiße Baumwolle nur schwach gefärbt.

V.  
Nach B behandelt: Färbung unverändert, weiße Baumwolle nicht oder nur ganz wenig angefärbt.

I.  
3% Benzopurpurin 4B (363) gefärbt 1 St. kochend mit 20 g Glaubersalz kryst. im Liter. (Das hierbei verdampfte Wasser wird während des Färbens ersetzt.) Nach einstündigem Färben werden weitere 20 g Glaubersalz im Liter zugegeben, noch eine Viertelstunde weiter gekocht; dann abgequetscht und in kaltem Wasser gut gespült.

II.  
5% Primulin (616), gefärbt wie bei I angegeben, dann diazotiert und mit  $\beta$ -Naphthol entwickelt. Zum Schluß wird die Färbung mit 2 g Marseiller Seife im Liter etwa 5 Minuten bei 35° ge-seift und gut gespült.

III.  
2,5% Indoinblau BB (126), auf mit 6% Tannin und 3% Antimonsalz vorgebeiztem Garn. Das Ausfärben erfolgt unter Zusatz von 5% Essigsäure eine halbe Stunde kalt, eine halbe Stunde unter langsamem Erwärmen bis kochheiß; man läßt dann noch eine Viertelstunde kochen, dann wird gespült und getrocknet.

IV.  
12% Immedialindon R konz. (733), 1 Stunde kochend gefärbt mit der anderthalbfachen Menge kryst. Schwefelnatrium vom Farbstoffgewicht, 3 g Soda und 20 g Kochsalz im Liter (das hierbei verdampfte Wasser wird während des Färbens ersetzt.) Nach einstündigem Färben werden weitere 20 g Kochsalz im Liter zugegeben, noch eine Viertelstunde weiter gekocht, dann abgequetscht und in warmem Wasser gut gespült.

Oder Indigofärbung in genau gleicher Tiefe gefärbt in der Hydrosulfitküpe in 3 Zügen mit 10 g Indigo Paste 20%ig im Liter. Nach jedem Zug 10 Minuten oxydiert und zum Schluß gut gespült.

V.  
Alizarinrot (Altrot).

A. Probe mit je der gleichen Gewichtsmenge weißer gewaschener Zephyrwolle und abgekochter weißer Baumwolle verflochten in 50facher Flottenmenge eine Viertelstunde bei 40° behandeln mit 10 g ätzalkalifreier Marseiller Seife und 0,5 g calc. Soda im Liter Wasser, dann fünfmal in der Hand durchkneten, gut ausdrücken, spülen und trocknen.

B. Dasselbe bei 80°, nur daß nach der Behandlung bei 80° die Zöpfchen herausgelegt, eine Viertelstunde lang abkühlen gelassen und dann wie oben geknetet werden.

## Waschechtheit neben Wolle.

## Normen:

## Typen:

I.  
Nach A behandelt: Starke Veränderung der Färbung, starkes Bluten auf Weiß.

III.  
Nach A behandelt: Keine oder nur spurweise Veränderung der Färbung, kein Bluten auf Weiß.

V.  
Nach B behandelt: Keine oder nur spurweise Veränderung der Färbung, kein Bluten auf Weiß.

I.  
2% Orange II (145), gefärbt mit 10% Glaubersalz kryst. und 10% Weinsteinpräparat, 1 Stunde kochen.

III.  
2% Patentblau A (545), gefärbt mit 10% Glaubersalz kryst., 3% Essigsäure, bei 40° beginnen, in 20 Minuten zum Kochen bringen, 1 Stunde schwach kochen; nach einhalbstündigem Kochen das Bad mit 2% Schwefelsäure erschöpfen.

V.  
7% Palatinchromschwarz 6B (181), gefärbt mit 10% Glaubersalz kryst., 3% Essigsäure, bei 60° beginnen, in 15 Minuten zum Kochen bringen, das Bad nach halbstündigem Kochen durch allmählichen Zusatz von 2% Schwefelsäure erschöpfen; dann abkühlen auf 70°, 2,5% Chromkali zusetzen und noch 40 Minuten schwach kochen.

## Waschechtheit neben Baumwolle.

## Normen:

## Typen:

I.  
Nach A behandelt; Starkes Bluten auf Weiß.

III.  
Nach A behandelt: Kein Bluten auf Weiß.

V.  
Nach B behandelt: Kein Bluten auf Weiß.

I.  
2% Chrysophenin G (304), gefärbt mit 10% Glaubersalz kryst., bei 40° beginnen, in 20 Minuten zum Kochen bringen, 1 Stunde schwach kochen; nach dreiviertelstündigem Kochen das Bad mit 2% Essigsäure erschöpfen.

III.  
2% Patentblau A (545), gefärbt wie vorstehend (Waschechtheit neben Wolle) angegeben.

V.  
7% Palatinchromschwarz 6B (181), gefärbt wie vorstehend angegeben.

3a. Wasserechtheit gefärbter Baumwolle. Die Probe wird derart mit abgekochter weißer Baumwolle, gewaschener Zephyrwolle und weißer Seide verflochten, daß auf zwei Teile Färbung je ein Teil des weißen Materials kommt, und jedes in direkter Berührung mit der Färbung ist. Die Probe wird eine Stunde in kaltes Kondenswasser (etwa 20°) bei 40facher Flottenmenge eingelegt, ausgedrückt und bei gewöhnlicher Temperatur getrocknet.

## Normen:

## Typen:

I.  
Bei einmaliger Behandlung Färbung etwas heller, weißes Material angeblutet.

I.  
2% Chrysophenin G (304), gefärbt wie unter 2a I angegeben.

2b. Waschechtheit gefärbter Wolle neben Wolle und neben Baumwolle. Die Prüfung erfolgt nach zwei Methoden:

**Normen:**

III. Bei einmaliger Behandlung Färbung und weißes Material nicht verändert.

V. Bei dreimaliger Behandlung (jedesmal mit frischem Wasser) Färbung und weißes Material nicht verändert.

**3b. Wasserechtheit gefärbter Wolle.** Probe wie bei 3a, aber 12 Stunden einlegen.

**Normen:**

I. Bei einmaliger Behandlung Färbung verändert oder heller, weißes Material angefärbt.

III. Bei einmaliger Behandlung Färbung unverändert, kein Bluten ins weiße Material.

V. Bei dreimaliger Behandlung (jedesmal mit frischem Wasser) Färbung unverändert, kein oder nur spurweises Bluten ins weiße Material.

**4. Reibechtheit (für alle Färbungen).** Man reibt mit einem über den Zeigefinger gespannten unappretierten weißen Baumwollappen auf der Färbung zehnmal kräftig hin und her. Die Reiblänge betrage 10 cm<sup>5</sup>.

**5a. Bügelechtheit gefärbter Baumwolle.** Die Färbung wird mit einem doppelt gelegten, dünnen, weißen, unappretierten Baumwollappen bedeckt, der mit Kondenswasser angefeuchtet ist (100% Wasser), und mit einem Bügeleisen gebügelt, das so heiß ist, daß es einen heißen Wollfilz bei der gleichen Pressung zu sengen beginnt. Man bügelt so lange bis der feuchte Lappen vollständig trocken geworden ist. Die Veränderung der Färbung ist an den noch heißen Stellen im Vergleich mit den danebenliegenden nicht gebügelten Teilen der Färbung festzustellen, das Bluten am aufliegenden weißen Lappen.

**Normen:**

I. Färbung stark verändert. Färbung blutet auf Baumwolle.

III. Färbung etwas verändert. Färbung blutet nicht auf Baumwolle.

V. Färbung nicht verändert. Färbung blutet nicht.

**5b. Bügelechtheit gefärbter Wolle.** Das Verhalten der Färbung neben nasser Baumwolle ist bei der Schweißechtheitsprobe berücksichtigt. Das Trockenbügeln wird wie folgt ausgeführt: Die Färbung wird 10 Sekunden mit einem heißen Bügeleisen gepreßt, das so heiß ist, daß es bei der gleichen Pressung einen weißen Wollfilz eben nicht mehr

**Typen:**

III. 2% Chloramingelb C (617), gefärbt wie vorstehend.

V. 8% Immedialcarbon B (720), gefärbt wie unter 2a IV angegeben.

**Typen:**

I. 2% Azogelb (141), gefärbt 1 St. kochend, unter Zusatz von 10% Glaubersalz, 10% Weinsteinpräparat.

III. 2% Patentblau A (545), gefärbt wie unter 2b angegeben.

V. 7% Palatinchromschwarz 6B (181), gefärbt wie unter 2b angegeben.

sengt. Die Veränderung der Färbung ist an den gebügelten Stellen im Vergleich zu den danebenliegenden nicht gebügelten Teilen festzustellen.

**Normen:**

I. Färbung stark verändert, der Ton kehrt beim Erkalten erst allmählich oder nicht vollkommen wieder.

III. Färbung ziemlich stark verändert, der Ton kehrt beim Erkalten bald wieder.

V. Keine Veränderung der Färbung.

**Typen:**

I. 2% Fuchsin S (524), gefärbt mit 10% Glaubersalz kryst., 10% Weinsteinpräparat 1 Stunde kochend.

III. 2% Amarant (168), gefärbt mit 10% Glaubersalz kryst., 10% Weinsteinpräparat, bei 60° beginnen, in 20 Minuten zum Kochen bringen, 1 Stunde kochen.

V. 2% Tartrazin (23), gefärbt mit 10% Glaubersalz kryst., 10% Weinsteinpräparat, 1 Stunde kochend.

**6. Schwefelechtheit gefärbter Baumwolle und Wolle.** Die Probe, mit der gleichen Menge gewaschener Zephyrwolle verflochten, wird in einer Lösung von 5 g Marseiller Seife im Liter Wasser bei Zimmertemperatur genetzt, dann ausgerungen. Hierauf kommt sie in einen durch Verbrennen von überschüssigem Schwefel mit Schwefeldioxyd gefüllten Raum, bleibt darin 12 Stunden und wird dann in kaltem Wasser gut gespült, ausgedrückt und getrocknet.

**Schwefelechtheit gefärbter Baumwolle.**

**Normen:**

I. Färbung verändert, weiße Wolle angefärbt.

III. Färbung spurweise verändert, weiße Wolle nicht angefärbt.

V. Färbung und weiße Wolle unverändert.

**Typen:**

I. 1% Diamantfuchsin (512), auf Tannin-Antimonbeize, gefärbt wie bei Methylenblau unter 5a angegeben.

III. 1% Columbiaschwarz FF extra (463), gefärbt wie unter 2a I angegeben.

V. 1% Diaminschwarz BH (333), gefärbt, diazotiert und entwickelt mit Diamin wie bei Primulin unter 2a angegeben.

**Schwefelechtheit gefärbter Wolle.**

**Normen:**

I. Ziemlich starke Veränderung der Färbung, kein oder nur schwaches Anbluten der weißen Wolle.

III. Geringe Veränderung der Färbung, kein oder nur spurweises Bluten auf weiße Wolle.

V. Keine Veränderung d. Färbung, kein oder nur spurweises Anbluten der weißen Wolle.

**Typen:**

I. 2% Diaminscharlach B (319), gefärbt wie unter 2b I angegeben.

III. 2% Walkrot G (293), gefärbt mit 10% Glaubersalz kryst., 2% Essigsäure, bei 30° beginnen, in 20–30 Min. zum Kochen bringen, 1 Stde. schwach kochen; nach dreiviertelstündigem Kochen das Bad mit 3% Essigsäure erschöpfen.

V. 2% Palatinscharlach A (81), gefärbt mit 10% Glaubersalz kryst., 10% Weinsteinpräparat, bei 60° beginnen, in 20 Minuten zum Kochen bringen, 1 Stunde kochen.

**7a. Schweißechtheit gefärbter Baumwolle.** Die Prüfung ist wie folgt auszuführen: Die Färbung wird, mit der gleichen Menge weißer abgekochter Baumwolle verflochten, 10 Min.

<sup>5</sup>) Die Arbeitskommission hat beschlossen, hier von der Aufstellung von Typen abzusehen.

in eine 80° warme Lösung, die 5 ccm neutrales essigsäures Ammonium (Handelsware 30%ig gleich 7,5° Bé.) im Liter Kondenswasser enthält, eingelegt. Hierauf wird, ohne zu spülen, getrocknet.

## Normen:

I. Färbung wird heller: weiße Baumwolle stark angefärbt

III. Färbung unverändert; weiße Baumwolle angefärbt.

V. Färbung und weiße Baumwolle bleiben unverändert.

## Typen:

I. 1% Chrysophenin G (304), gefärbt wie bei 2a, I angegeben.

III. 1% Diaminschwarz BH (333), direkt gefärbt wie oben.

V. 20% Indanthrenblau RS i. Tg. (638), gefärbt wie unter 1a, VIII angegeben.

**7b. Schweißechtheit gefärbter Wolle.** Die Prüfung erfolgt nach zwei Methoden: 1. Durch Betupfen mit einer Kochsalzlösung. 2. Durch Behandeln mit essigsäurem Ammonium.

1. Prüfung mit Kochsalzlösung. Die Färbung wird mit einer Lösung von 100 g Kochsalz im Liter dest. Wassers betupft, bei gewöhnlicher Temperatur eintrocknen gelassen und dann abgebürstet.

## Normen:

I. Starke Veränderung der Färbung.

III. Die Färbung wird ziemlich stark verändert.

V. Keine Veränderung der Färbung.

## Typen:

I. 2% Amarant (168), gefärbt mit 10% Glaubersalz kryst., 10% Weinsteinpräparat, bei 60° beginnen, in 20 Minuten zum Kochen bringen, 1 Stunde kochen.

III. 2% Wollgrün S (566), gefärbt mit 10% Glaubersalz kryst., 10% Weinsteinpräparat, 1 Stunde kochen.

V. 2% Brillant-Crocein 3B (227), gefärbt mit 10% Glaubersalz kryst., 10% Weinsteinpräparat, bei 60° beginnen, in 20 Minuten zum Kochen bringen, 1 St. kochen.

2. Prüfung mit essigsäurem Ammonium. Die Prüfung erfolgt wie bei Baumwolle angegeben, nur ist die Wollfärbung mit je der gleichen Menge gewaschener Zephyrwolle und abgekochter weißer Baumwolle zu verflechten.

## Normen:

I. Färbung nicht oder nur spurenweise verändert, weiße Wolle und Baumwolle wird angefärbt.

III. Färbung wird nicht verändert, weiße Wolle nur wenig, Baumwolle nicht angefärbt.

V. Färbung nicht verändert, weiße Wolle und Baumwolle nicht angefärbt.

## Typen:

I. 2% Azogelb (141), gefärbt wie unter 3b angegeben.

III. 2% Amarant (168), gefärbt wie bei 5b angegeben.

V. 7% Palatinchromschwarz 6B (181), gefärbt wie unter 2b angegeben.

**8. Alkaliechtheit (Straßenschmutz- und Staubechtheit) gefärbter Baumwolle und Wolle.** Reagens: 10 g Ätzkalk und 10 g Ammoniak 24%ig im Liter gemischt. Die Färbung wird damit betupft, abgedrückt, ohne zu spülen bei gewöhnlicher Temperatur getrocknet, dann gut abgebürstet.

## Wolle:

## Normen:

I. Starker Umschlag.

III. Ziemlich starke Veränderung der Färbung.

V. Keine Veränderung der Färbung.

## Typen:

I. 2% Wasserblau (539), gefärbt mit 10% Weinsteinpräparat bei 60° beginnen, in 20 Minuten zum Kochen bringen, dann noch etwa dreiviertel Stunden kochen.

III. 2% Amarant (168), gefärbt wie unter 5b angegeben.

V. 7% Palatinchromschwarz 6B (181), gefärbt wie unter 2b angegeben.

## Baumwolle:

## Normen:

I. Starker Umschlag.

III. Ziemlich starke Veränderung der Färbung.

V. Keine Veränderung der Färbung.

## Typen:

I. 1,5% Malachitgrün konz. (495), gefärbt auf Tannin-Antimonbeize wie bei 5a, I angegeben.

III. 1% Direkttiefschwarz E extra (463), gefärbt wie unter 2a, I angegeben.

V. 8% Diaminschwarz BH (333), gefärbt wie unter 2a, II angegeben.

**9a. Säurekochechtheit gefärbter Baumwolle<sup>6)</sup>.** Die Färbung wird mit der gleichen Menge gewaschener Zephyrwolle und der gleichen Menge abgekochter weißer Baumwolle verflochten, eine Stunde mit 10% Weinsteinpräparat vom Gewicht der Ware bei 40facher Flottenmenge gekocht, in kaltem Wasser gut gespült, ausgedrückt und getrocknet.

## Normen:

I. Färbung nur etwas heller, weiße Wolle angefärbt.

III. Färbung nicht oder nur wenig verändert, weiße Wolle nur schwach angefärbt.

V. Färbung unverändert; Wolle und Baumwolle werden nicht angefärbt.

## Typen:

I. 2% Chloramingelb C (617), gefärbt wie unter 2a, I angegeben.

III. 3% Primulin (616), mit  $\beta$ -Naphthol entwickelt, gefärbt wie unter 2a angegeben.

V. 8% Immedialcarbon B (720), gefärbt wie unter 2a, IV angegeben.

**9b. Säurekochechtheit gefärbter Wolle.** Die mit gewaschener Zephyrwolle verflochtene Färbung wird in 70facher Flottenmenge 1½ Stunden mit einer Lösung von 2,5 g Weinsteinpräparat im Liter dest. Wasser bei 90–92° behandelt, dann gespült und getrocknet.

## Normen:

I. Färbung nur wenig verändert; weiße Wolle wird angefärbt.

## Typen:

I. 2% Chromgelb D (177), gefärbt mit 10% Glaubersalz kryst., 3% Essigsäure, bei 60° beginnen, in 15 Minuten zum Kochen bringen, das Bad nach halbstündigem Kochen durch Zusatz von 2% Schwefelsäure erschöpfen; auf 70° abkühlen, 1,25% Chromkali zugeben und noch 30 Minuten schwach kochen.

<sup>6)</sup> Bei der Überfärbecchtheit gefärbter Baumwolle spielt die Natur der Baumwollfarbstoffe sowohl wie die des zum Überfärben dienenden Wollfarbstoffes eine wesentliche Rolle.

**Normen:**

III. Färbg. unverändert; weiße Wolle wird nur wenig angefärbt.

V. Färbg. unverändert; weiße Wolle wird nicht oder nur spurweise angefärbt.

**Typen:**

III. 2% Diaminscharlach B (319), gefärbt wie unter 2b, I angegeben.

V. 6% Alizarinschwarz WX extra in Teig (774) gefärbt mit 10% Glaubersalz kryst., 5% Essigsäure, bei 60° beginnen, in 20 Minuten zum Kochen bringen, nach halbstündigem Kochen 5% Essigsäure zusetzen. Nach weiteren 20 Minuten Kochen auf 70° abkühlen, 2% Chromkali zusetzen und noch 40 Min. schwach kochen.

**10. Säureechtheit gefärbter Baumwolle.** Die Färbung wird mit Mineralsäure (10%iger Schwefelsäure) und mit organischer Säure (30%iger Essigsäure) betupft und die Veränderung des Farbtons im Vergleich mit einer mit Wasser betupften Stelle festgestellt.

**Normen:**

I. Mit Mineralsäure stark, mit organischer Säure nur wenig verändert.

III. Mit Mineralsäure stark, mit organischer Säure nicht verändert.

V. Mit Mineralsäure und organischer Säure keine Veränderung.

**Typen:**

I. 3% Diaminscharlach B (319), gefärbt wie unter 2b, I angegeben.

III. 0,5% Chrysophenin G (304), gefärbt wie bei 2a, I angegeben.

V. 20% Indanthrenblau RS i. Tg. (838), gefärbt wie bei 1a, VIII angegeben.

**11. Bäuchehttheit gefärbter Baumwolle.**

Die Prüfung erfolgt nach zwei Methoden:

A. 5 g der Färbung werden mit der gleichen Gewichtsmenge gebleichten Baumwollgarns verflochten und in der 10fachen Flottenmenge, welche mit 10% Natronlauge von 40° Bé. vom Gewicht des Materials besetzt ist, 6 Stunden gekocht, wobei die verdampfende Flotte immer ergänzt wird. Hierauf wird gut gespült, abgedrückt und getrocknet.

B. Die Behandlung erfolgt in gleicher Weise wie bei A, nur daß noch 1% Ludigol vom Gewicht des Materials beigelegt wird.

**Normen:**

I. Die Färbung wird, sowohl nach A als auch nach B behandelt, bedeutend heller, und auch die weiße Baumwolle wird etwas angeblutet.

III. Die Färbung wird, sowohl nach A als auch nach B behandelt, wesentlich heller, während weiße Baumwolle nicht oder nur ganz spurweise angefärbt wird. Gleichfalls mit III zu bezeichnen ist:

Die Färbung wird, nach A behandelt, heller, und weiße Baumwolle wird angefärbt, während nach B behandelt die weiße Baumwolle nicht angefärbt wird.

**Typen:**

I. Normale Paranitranilinrotfärbung, nach dem Entwickeln kochheiß geseift.

III. Indigofärbung in der gleichen Tiefe wie 3% Diaminechtblau FFB (C), gefärbt, wie unter 2a, I angegeben.

oder:

10% Indanthrenengelb Gi. Tg. (849), gefärbt mit der 1/4fachen Menge Hydrosulfit, und 3 ccm Natronlauge von 40° Bé. im Liter bei 40—50° während 3/4 Std., dann abgequetscht, 1/2 Std. verhängt, gut gespült und 1/4 Std. mit 5 g Marseillerseife im Liter kochheiß geseift.

**Normen:**

V. Die Färbung bleibt, nach beiden Methoden behandelt, vollkommen unverändert, und weiße Baumwolle wird nicht oder nur ganz spurweise angefärbt.

**Typen:**

V. Normale Türkischrot-Altrotfärbung.

**12. Chlorechtheit gefärbter Baumwolle.** Die Probe wird mit der gleichen Menge abgekochter weißer Baumwolle verflochten, in heißem Wasser genetzt und auf eine Stunde bei etwa 15° in ein frisch bereitetes Bad von unterchlorigsaurem Kalk (Chlorkalk) von 1° wirksamem Chlor im Liter (eine Chlorkalklösung von 5° Bé. im Verhältnis 1:20 verdünnt und nach Titration eingestellt) bzw. unterchlorigsaurem Natron (Chlorsoda) von ebenfalls 1 g wirksamem Chlor im Liter und nicht mehr als 0,3 g Soda im Liter (wie unten beschrieben frisch bereitet und nach Titration eingestellt?) eingelegt, gespült, abgesäuert, nochmals gespült, ausgedrückt und getrocknet.

**Normen:**

I. Mit Chlorsoda Färbung heller, weiße Baumwolle angeblutet. Mit Chlorkalk Färbung viel heller, weiße Baumwolle angeblutet.

II. Mit Chlorsoda Färbung verändert, weiße Baumwolle nicht angeblutet. Mit Chlorkalk Färbung stark verändert, weiße Baumwolle nicht angeblutet.

III. Mit Chlorsoda, Färbg. nur etwas heller, weiße Baumwolle nicht angeblutet. Mit Chlorkalk Färbung viel heller, weiße Baumwolle nicht angeblutet.

IV. Mit Chlorsoda Färbg. nicht verändert, weiße Baumwolle nicht angeblutet. Mit Chlorkalk Färbung merklich heller, weiße Baumwolle nicht angeblutet.

V. Mit Chlorsoda und Chlorkalk Färbung unverändert, weiße Baumwolle nicht angeblutet.

**Typen:**

I. 1% Methylenblau B (659), auf Tannin-Antimonbeize gefärbt wie unter 5a angegeben.

II. 6% Indanthrenolive G Pulver (791), gefärbt in der 20fachen Menge Kondenswasser mit der fünffachen Menge Natronlauge 40° Bé. und der zweieinhalbfachen Menge Hydrosulfit vom Gewicht des Farbstoffes, eine halbe Stunde bei 60°, abgequetscht und so gleich gut gespült.

III. Indigofärbung in der gleichen Tiefe wie 3% Diaminechtblau FFB, gefärbt wie unter 2a, I angegeben.

IV. 10% Hydronblau G 20%ige Paste (748), gefärbt mit der halben Menge Natronlauge 40° Bé. und der halben Menge Hydrosulfit vom Gewicht des Farbstoffes. Im übrigen wird verfahren wie bei Indanthrenolive unter II angegeben.

V. Normale Türkischrot-Altrotfärbung.

**13. Mercerisiererechtigkeit gefärbter Baumwolle.** Die Färbung wird in gebleichten unappretierten Baumwollstoff eingenäht, 5 Minuten in kalte Natronlauge von 30° Bé. eingelegt, gespült, abgesäuert, fertig gespült und getrocknet.

7) Herstellung des unterchlorigsauren Natrons: 100 g Chlorkalk 33%ig werden mit 400 ccm Wasser angefeuchtet; man löst ferner 60 g calc. Soda in 200 ccm kochendem Wasser, gibt 100 ccm kaltes Wasser zu, mischt diese Lösung mit dem Chlorkalkbrei durch halbstündiges Rühren und läßt dann absetzen. Die klare Lösung wird abgezogen, mit 2 g Soda versetzt zur Entfernung des letzten Restes Kalk, dann wieder absetzen gelassen und die klare Lösung abgezogen, gegebenenfalls filtriert und entsprechend mit Kondenswasser verdünnt.

Normen:	Typen:
I. Färbung minimal verändert; weiße Baumwolle etwas angeblutet.	I. 4% Primulin (616), entwickelt mit $\beta$ -Naphthol, wie unter 2a angegeben.
III. Färbung unverändert; weiße Baumwolle nur spurweiße angefärbt.	III. 1% Chloramingelb C (617), gefärbt wie unter 2a, I angegeben.
V. Färbung unverändert; weiße Baumwolle nicht angefärbt.	V. 8% Immedialcarbon B (720), gefärbt wie unter 2a IV angegeben.

**14. Bleichechtheit gefärbter Wolle.** Die auf leichtem Wollstoff hergestellte Färbung wird mit weißen Woll-, Baumwoll- und Seidenfäden durchnäht und mit Wasserstoffsuperoxyd gebleicht. Das Bleichbad wird angesetzt mit 100 Teilen dest. Wasser und 20 Teilen Wasserstoffsuperoxyd von 10 bis 12 Vol.-%, und diese Lösung wird mit geringen Mengen Ammoniak spurweise alkalisch gemacht. Das Bad muß während der Behandlung schwach alkalisch bleiben. (Prüfen mit Kongopapier.) Man legt die Probe in das etwa 45 bis 50° warme Bad ein (40- bis 50fache Flottenmenge vom Gewicht der Probe) und läßt dann 12 Stunden im allmählich erkaltenden Bade liegen. Es ist darauf zu achten, daß die Proben stets unter der Flotte gehalten werden; starkes Umrühren ist zu vermeiden. Die Proben werden dann gespült und getrocknet.

Normen:	Typen:
I. Die Färbung wird nicht oder nur spurweise verändert, blutet aber auf Wolle, Seide und Baumwolle.	I. 2% Azogelb (141), gefärbt wie unter 3b angegeben.
II. Die Färbung wird heller und blutet wenig auf Seide, Wolle und Baumwolle.	II. 2% Patentblau A (545), gefärbt wie unter 2b angegeben.
III. Die Färbung wird heller, blutet aber nicht auf Wolle, Seide und Baumwolle.	III. 2% Echtgelb S (137), gefärbt wie für Azogelb unter 3b angegeben.
IV. Die Färbung wird nicht oder nur spurweise verändert, blutet nicht auf Wolle, aber etwas auf Seide und Baumwolle.	IV. 2% Chrysophenin G (304), gefärbt wie unter 2b angegeben.
V. Die Färbung wird nicht oder nur spurweise verändert und blutet nicht oder nur spurweise auf Wolle, Baumwolle und Seide.	V. 2% Sulfocyanin GR extra (257) gefärbt mit 20% Glaubersalz und 5% essigsäurem Ammonium bei 40° beginnen, in einer halben Stunde auf 80 bis 90° bringen und bei dieser Temperatur etwa dreiviertel Stunden färben.

**15. Walkechtheit gefärbter Wolle.** Die Prüfung erfolgt nach zwei Methoden:

A. **Neutrale Walke.** Die Färbung wird mit der gleichen Menge weißer Wolle bzw. Baumwolle verflochten, dann bei 30° in der 40fachen Flottenmenge mit einer Walkflotte von 20 g Marseiller Seife im Liter dest. Wasser behandelt. Die Probe wird erst mit der Hand gut durchgewalkt, dann 2 Stunden eingelegt, nochmals durchgeknetet, hierauf ausgewaschen und getrocknet.

B. **Alkalische Walke.** Behandlung wie bei A, jedoch bei 40°, und die Walkflotte enthält 20 g Marseiller Seife und 5 g calc. Soda im Liter dest. Wasser.

Normen:	Typen:
I. Nach A behandelt: Merkliche Veränderung der Färbung, starkes Bluten auf weiße Wolle.	I. 2% Azogelb (141), gefärbt wie unter 3b angegeben.
II. Nach A behandelt: Geringe Veränderung der Färbung, geringes Bluten auf weiße Wolle.	II. 2% Ponceau RR (82), gefärbt wie für Orange II unter 2b angegeben.
III. Nach A behandelt: Keine oder nur spurweise Veränderung der Färbung, kein Bluten auf weiße Wolle.	III. 6% Sulfocyaninschwarz 2B (265), gefärbt wie unter 14, IV angegeben.
IV. Nach B behandelt: Keine oder nur spurweise Veränderung der Färbung, geringes Bluten auf weiße Wolle.	IV. 2% Chromgelb D (177), gefärbt wie unter 9b angegeben.
V. Nach B behandelt: Keine oder nur spurweise Veränderung der Färbung, kein Bluten auf weiße Wolle.	V. 7% Anthracenschwarz P extra (185), gefärbt wie unter 2b, V angegeben.

Normen:	Typen:
I. Starkes Bluten auf weiße Baumwolle.	I. 2% Diaminscharlach B (319), wie unter 2b I angegeben.
II. Geringes Bluten auf weiße Baumwolle.	II. 2% Ponceau RR (82), gefärbt wie für Orange II unter 2b angegeben.
III. Kein Bluten auf weiße Baumwolle.	III. 6% Sulfocyaninschwarz 2B (265), gefärbt wie unter 14, IV angegeben.
IV. Geringes Bluten auf weiße Baumwolle.	IV. 5% Diamantschwarz F (277), nachchromiert mit 1,5% Chromkali, sonst gefärbt wie unter 2b, V angegeben.
V. Kein Bluten auf weiße Baumwolle.	V. 7% Diamantschwarz PV (157), gefärbt wie unter 2b, V angegeben.

**16. Carbonisierbarkeit (Wolle).** Die Probe eine halbe Stunde in Schwefelsäure von 5° B $\phi$ . einweichen, auf 100% Feuchtigkeitsgehalt abpressen, dann 1 Stunde bei 80° trocknen. Hierauf wird die Probe eine Viertelstunde mit der 200fachen Menge dest. Wasser gewaschen, abgepreßt und eine Viertelstunde in der 200fachen Menge Sodalösung 2 : 1000 neutralisiert. Dem Neutralisieren folgt ein gründliches Auswaschen mit Wasser bis zur neutralen Reaktion mit Lackmuspapier.

Normen:	Typen:
I. Starke Veränderung der Färbung.	I. 2% Alizarinrot W (780) in Pulver, gefärbt auf mit 3% Chromkali und 2 1/2% Weinsteinpräparat 1 1/4 Stunde kochend vorgebeizte Wolle; das Ausfärben erfolgt im frischen Bade unter Zusatz von 2% Essigsäure, bei 30° beginnen, in 30 Minuten zum Kochen bringen und 1 1/2 Stunde kochen.

Normen:	Typen:
III. Geringe Veränderung der Färbung.	III. 2% Orange IV (139), gefärbt mit 10% Glaubersalz kryst., 10% Weinsteinpräparat, 1 Stunde kochen.
V. Keine oder nur spurweise Veränderung der Färbung.	V. 2% Palatinscharlach A (81), gefärbt mit 10% Glaubersalz kryst., 10% Weinsteinpräparat, bei 60° beginnen, in 20 Minuten zum Kochen bringen, eine Stunde kochen.

17. Pottingechtheit gefärbter Wolle. Die Prüfung erfolgt nach zwei Methoden:

A. Die Färbung wird mit der gleichen Menge weißer Wolle und Baumwolle verflochten und 2 Stunden in der 60fachen Menge 90° heißem dest. Wasser behandelt, hierauf ausgewaschen und getrocknet.

B. Wie A, mit dest. Wasser, dem 1 g Marseiller Seife im Liter zugesetzt ist.

Normen:	Typen:
I. Nach A behandelt: Die Färbung wird verändert, weiße Wolle oder Baumwolle wird stark angefärbt.	I. 2% Patentblau A (545), gefärbt wie unter 2b angegeben.
III. Nach A behandelt: Die Färbung wird nicht oder nur spurweise verändert, weiße Wolle und Baumwolle werden etwas angefärbt.	III. 5% Diamantschwarz F (277), gefärbt wie unter 2b V angegeben, nur daß mit 1,5% Chromkali nachchromiert wird.
V. Nach B behandelt: Keine oder nur spurweise Änderung der Färbung, kein Anbluten der weißen Wolle und Baumwolle.	V. 7% Alizarinschwarz WX extra, gefärbt wie unter 2b V angegeben.

18. Dekaturechtheit gefärbter Wolle. Die Prüfung erfolgt nach drei Methoden:

A. Die Probe wird auf einem Dekaturzylinder in sechs Lagen mit dem üblichen Stoff bombagiert, dann der zu untersuchende Stoff fest und gleichmäßig aufgebäumt, oder bei kleinen Mustern eine Lage Dekaturtuch vorgewickelt. Es folgt dann die weitere Wicklung in mindestens drei Lagen und das Zubinden. Gedämpft wird 10 Minuten, vom Ausströmen des Dampfes aus dem Gewebe an gerechnet. Man läßt 5 Min. stehen und wickelt ab.

B. Die Probe wird auf einen Dekaturzylinder aufgerollt und während 5 Min. im geschlossenen Apparat bei 1 Atm. Überdruck gedämpft.

C. Dasselbe während 10 Min. bei 2½ Atm. Überdruck.

Normen:	Typen:
I. Nach A behandelt: ziemlich starke Veränderung der Färbung.	I. 2% Thioflavin T (642), gefärbt in 40facher Flottenmenge ¾ Stunde bei 50°.
II. Nach A behandelt: keine Veränderung der Färbung.	II. 2% Sulfocyanin GR extra (257), gefärbt wie unter 14, V angegeben.
III. Nach B behandelt: ziemlich starke Veränderung der Färbung.	III. 2% Sulfocyanin wie oben.
IV. Nach B behandelt: keine Veränderung der Färbung.	IV. 2% Crocein AZ (225), gefärbt wie Brill. Crocein 3B unter 7b, V angegeben.

Normen:	Typen:
V. Nach C behandelt: Keine Veränderung der Färbung.	V. 9% Naphtholschwarz 6B (269), gefärbt mit 10% Weinsteinpräparat. Bei 40° beginnen, in 30 Min. zum Kochen bringen, 1 Std. schwach kochen.

19. Seewasserechtheit gefärbter Wolle. Die Färbung wird mit der gleichen Menge weißer Wolle verflochten, 24 Stunden bei 40 facher Flottenmenge in eine kalte Lösung von 30 g Kochsalz und 6 g Chlorcalcium (wasserfrei) im Liter Wasser eingelegt, dann, ohne zu spülen, getrocknet.

Normen:	Typen:
I. Färbung nur wenig verändert; weiße Wolle stark angeblutet.	I. 2% Chrysoin (143), gefärbt wie unter 3b, I angegeben.
III. Färbung nicht oder nur spurweise verändert; weiße Wolle ziemlich stark angeblutet.	III. 2% Cyanol extra (546), gefärbt wie unter 2b, III angegeben.
V. Färbg. unverändert; weiße Wolle nicht angeblutet.	V. 6% Sulfocyaninschwarz (265), gefärbt wie bei 14, V angegeben.

Der Arbeitsausschuß der Echtheitskommission:

*Clairmont, Goehring, Hömberg, Immerheiser, Kertess, Kutschell, König, Kraus, Lehne, Schroers, Schwalbe.*

Im Februar 1916.

[A. 19.]

## Experimentelle anorganische Chemie und Elektrochemie im Jahre 1915.

Von A. GUTBIER.

(Fortsetzung von Seite 100.)

Ein von F. Raschig<sup>113)</sup> ausgearbeitetes Verfahren zur Herstellung von Salpetersäure ist bemerkenswert. Es beruht darauf, daß man ein breiiges Gemisch von Salpeter und Schwefelsäure durch ein Barometerrohr, welches entsprechend dem mittleren Luftdruck und dem spezifischen Gewichte dieses Gemisches entsprechend mindestens eine Länge von 6 m haben muß, in ununterbrochenem Strome in das Ende einer geheizten Vakuumpfanne einlaufen läßt. In dieser entwickelt sich bei einer von 70 bis zu 170° ansteigenden Temperatur die Salpetersäure in Dampfform, wird in einer Tonkühlschlange niedergeschlagen und fließt dann durch ein 7 m langes Barometerrohr ab. Das zurückbleibende flüssige Bisulfat tritt am anderen Ende der Pfanne wiederum in ein 6 m langes Barometerrohr und durch dieses frei aus. — Um hochprozentige Salpetersäure bzw. Salpetersäuremonohydrat bereiten zu können, schlägt der Verein chemischer Fabriken in Mannheim<sup>114)</sup> vor, die Mischsäure aus Salpeter- und Schwefelsäure in dünner, sich kontinuierlich vorwärts bewegender Schicht bis zur Destillationstemperatur zu erhitzen. Hierbei hat es sich als zweckmäßig erwiesen, Luft oder ein gleichartig wirkendes Gas peripher über die Schicht zu leiten.

In Gemeinschaft mit Hans Rodemann und Robert Kremann<sup>115)</sup> einige doppelte Umsetzungen des als Nebenprodukt des Leblancschen Sodaverfahrens abfallenden Calciumthiosulfats studiert. Hierbei ergab sich,

<sup>113)</sup> D. R. P. 283 212 [1915]; 286 973 [1915]; Angew. Chem. **28**, II, 248 u. 522 [1915]; Chem. Zentralbl. **1915**, I, 925; II, 729.

<sup>114)</sup> D. R. P. 281 211 [1914]; Angew. Chem. **28**, II, 82 [1915]; Chem. Zentralbl. **1915**, I, 229.

<sup>115)</sup> Wiener Monatshefte **35**, 1061 [1914]; Angew. Chem. **28**, II, 147 [1915]; Chem. Zentralbl. **1915**, I, 597.