unvollständige, die zugefügte Chlormenge eine ungenügende war. Auf dem Filter gesammelt bildet der flockige Farbstoff eine schön dunkelblaue Masse, die aber keineswegs frei von Verunreinigung ist, welche durch Waschen mit kaltem und heissem Wasser, sowie durch Behandlung mit heissem verdünntem Ammon bis auf einen Rückhalt an Indigroth, welches durch Alkohol entzogen werden kann, beseitigt werden. Zuweilen ereignet es sich, dass beim Behandeln mit Ammon das Filtrat tief blau gefärbt durch das Filter geht. Um den so entstehenden Verlust zu beseitigen, entfernt man durch lange fortgesetztes Erhitzen aus dem Filtrat den Ammonüberschuss, lässt völlig erkalten, filtrirt zurück und wiederholt das Filtriren so oft, als dadurch noch Zunahme der Entfärbung erreicht wird; alsdann wird einige Male mit kaltem Wasser gewaschen, das Filter getrocknet und nun nochmals — was jetzt ohne Verlust geschehen kann — mit Ammon und heissem Wasser gereinigt.

Ermittelung des Indigogehalts reiner Indicanlösungen. Jaffé hat durch eine grosse Reihe von Versuchen gefunden, dass die Gefahr beim Chlorzusatz nicht in dem zu viel, sondern in dem zu wenig liegt. Wenn derselbe ein gewisses, für jeden Fall besonders zu ermittelndes, Minimum nicht erreicht, so wird stets ein erheblicher Ausfall an Indigo beobachtet. Dagegen haben Ueberschreitungen des gerade ausreichenden Chlormaasses selbst um das Doppelte bis Dreifache keine nennenswerthe Verluste zur Folge. Es handelt sich also bei jeder Indigobestimmung vor allen Dingen darum, jenes Minimum richtig zu treffen. Nach vielen fehlgeschlagenen Versuchen blieb der Verf. bei einem Verfahren stehen, welches darauf beruht, dass die gesuchte Chlormenge im umgekehrten Verhältniss steht zu dem Grade der Reinheit des Indicans und dass die Empfindlichkeit der Indicanreaction wächst mit der Menge der Verunreinigungen, derart, dass bei gleichem Gehalt an Indican die unreinere Lösung weit stärker verdünnt werden kann, bis die Grenze der Reaction erreicht ist, als die reine. Es hat sich nun durch viele Versuche herausgestellt, dass die Anzahl der Verdünnungsvolumina, welche einer Indicanlösung bis zum Eintritt der Grenzreaction zugeführt werden können, ungefähr das Doppelte beträgt von derjenigen Tropfenzahl der Chlorkalklösung, welche für 10 CC. des Indicans das Maximum der Indigoausbeute anzeigt. Gesetzt also: eine Indigolösung gibt bei 10facher Verdünnung mit Wasser die letzte eben noch sichtbare Blaufärbung, so sind zu ihrer vollständigen Zersetzung etwa 5 Tropfen Chlorkalklösung auf 10 CC. erforderlich; bei 20facher Verdünnung 10 Tropfen, bei 30facher 15 etc.

Man kann daher die nöthige Chlormenge leicht finden, wenn man ermittelt, bei welcher Verdünnung die Indicanreaction eben verschwindet. Jaffé nimmt in der Regel, um sicher zu gehen, 1—2 Tropfen mehr als die Hälfte der Verdünnungsvolumina. Die Ausführung der Analyse ist nun folgende: 2—300 CC. der Indicanlösung werden mit ebensoviel reiner Salzsäure vermischt und unter beständigem Umrühren tropfenweise die ermittelte Quantität Chlorkalk (für 200 CC. bei 20facher Verdünnung also etwa 240 Tropfen) zugefügt und zum vollständigen Absitzen des Indigo's mindestens 12 Stunden stehen gelassen. Man filtrirt auf ein mit Salzsäure ausgezogenes, bei 150° C. getrocknetes und gewogenes Filter aus sehr dichtem schwedischem Papier, wäscht successive mit kaltem, alsdann mit heissem Wasser, mit verdünntem heissem Ammon und schliesslich nochmals mit Wasser aus, trocknet bei 105—110° C. und wägt. Die Extraction mit Alkohol zur Entfernung des Indigoroths hat Jaffé stets unterlassen, da Indigoblau in Alkohol nicht ganz unlöslich ist und nach Schunk's Analysen beide Farbstoffe isomer sind.

Indigobestimmung im Pferdeharn. Dasselbe Verfahren, welches für reine, nicht zu verdünnte Indicanlösungen gilt, lässt sich auch für den indicanreichen Pferdeharn anwenden. Ausser den gewöhnlichen Verunreinigungen scheiden sich aus Pferdeharn bei der Zersetzung mit Salzsäure und Chlorkalk hin und wieder auch geringe Mengen von Hippur- oder Benzoessäure aus, die jedoch leicht durch Auswaschen mit heissem Wasser zu beseitigen sind. Der Harn muss filtrirt werden und darf nicht zu alt sein, da er sonst Trübungen zeigt, die selbst durch wiederholte Filtrationen nicht zu beseitigen sind. Jaffé fand in 100 CC. Pferdeharn 7,5—22,2 Milligramm. Indigo.

Analyse indicanarmer Flüssigkeiten, namentlich des Menschen- und Hundeharns. Hier bot sich eine doppelte Aufgabe dar, denn 1) muss die Flüssigkeit concentrirt werden durch Verdunsten und 2) macht der Gehalt des Menschen- und Hundeharns an Harnsäure etc. besondere Vorbereitungen nöthig. Jaffé hat nun zunächst durch viele Versuche nachgewiesen, dass die Zersetzlichkeit des Indicans nicht so gross ist, als man allgemein annimmt, oder vielmehr, dass dieselbe nur bei saurer Reaction besteht. Wenn man dafür sorgt, dass die Reaction während des Concentrirens beständig durch kohlensaures Natron oder Kalkwasser schwach alkalisch bleibt, so kann man eine Indicanlösung erst über freiem Feuer, dann auf dem Wasserbade fast bis zum Syrup abdampfen, ohne dass ein erheblicher Verlust an Indigo entsteht. Sorg-