Erforderliche C.C. Essig:	Procente Essigsäurehydrat:
66,6	9
60	10
54,5	11
50	12
46,1	13
42,8	14
40	15
37,5	16
35,3	17
33,3	18
31,6	19
30	20
20	30 Acet. concentr. Ph. H.

Ueber die Prüfung des Indigo *);

von

O. L. Erdmann und K. Frisch.

Die gebräuchlichen Prüfungsmethoden des Indigo gründen sich auf die Wirkung oxydirender Agentien auf das Indigblau, wobei dessen Farbe zerstört wird. Ich habe früher die Methoden von Bolley, Lindenlaub und Penny vergleichend geprüft und gefunden, dass sie mit reinem Indigblau ganz übereinstimmende Resultate liefern. (Siehe meinen Grundriss der allgem. Waarenkunde. 5. Aufl. p. 335.)

Indessen müssen nothwendig die Nebenbestandtheile des Indigo die Proben unzuverlässig machen. Da sie ebenso wie das Indigblau durch das oxydirende Reagens zerstört werden, so muss die Menge des Indigblau durch die Proben zu hoch erhalten werden. In der That habe ich niemals bei der Bereitung von Indigblau mittelst der Küpe auch nur annähernd die Menge von reinem Indig-

*) Von den Herren Verfassern im Separatabdruck eingesandt. B.

blau aus rohem Indig erhalten können, welche die Oxydationsproben anzeigten. Dies gab Veranlassung zu einer neuen Vergleichung der verschiedenen Prüfungsmethoden des Indigs, welche Herr Stud. chem. K. Frisch aus Dresden in meinem Laboratorium ausgeführt hat und deren Resultate hier folgen. Dieselben beweisen, dass die Oxydationsproben durchaus kein zuverlässiges Resultat geben, und dass ein solches nur durch die Reductionsprobe erhalten werden kann. Erdmann.

Zur Vergleichung der gebräuchlichen Prüfungsmethoden des Indigs von Bolley, Penny und Mohr wurden zwei Sorten Indig angewendet, von denen No. 1. eine unbekannte Qualität, No. 2. aber als feinsten Java-Indigo gekauft war.

No. 1.	No. 2.
1,798 Grm. gaben 0,073	1,444 Grm. gaben 0,067
Wasser = 4,6 Proc.	Wasser = 4,64 Proc.
0,555 Grm. gaben 0,085	1,207 Grm. gaben 0,119
Asche = 15,31 Proc.	Asche = 9,8 Proc.

a) Bolley zerstört den Farbstoff durch eine titrirte Lösung von chlorsaurem Kali, welche er einer kochenden, mit Salzsäure vermischten Indiglösung zusetzt. 4,24 Grm. chlorsaures Kali werden zu 1000 C.C. in Wasser gelöst, die Lösung zerstört 10 Grm. reines Indigblau.

b) Penny titirt die kochende, mit Salzsäure versetzte Indiglösung mit saurem chromsauren Kali. 3,75 Grm. saures chromsaures Kali auf 1000 C.C. Wasser sind im Stande, 5 Grm. reines Indigblau zu entfärben.

c) Mohr gründet seine Methode auf die oxydirende Eigenschaft der Chamäleonlösung, indem eine Chamäleonlösung, welche 1 Grm. Eisen oxydirt, 1,348 Grm. reines Indigblau zu entfärben im Stande ist.

Indigo No. 1.	Java-Indigo No. 2.
0,540 Grm. Indigo in rauchender Schwefelsäure gelöst und mit so viel Wasser verdünnt, dass die Lösung 400 C.C. betrug.	4,48 Grm. Java-Indigo mit Schwefelsäure gelöst und bis zu 500 C.C. mit Wasser verdünnt.

1 C.C. = 0,00135 Gr. Indigo.	1 C.C. = 0,00896 Gr. Indigo.
100 „ = 0,135 „ „	100 „ = 0,896 „ „
a) 0,135 Grm. Indig bedurften im Mittel 10 C.C. der normalen chloresäuren Kalilösung, welche 0,100 Grm. reinem Indigblau entsprechen = 74,07 Proc.	a) 0,0896 Grm. Java-Indigo bedurften zur Entfärbung 7,4 C.C. normales chloresäures Kali, demnach 0,0896 Grm. Indigo = 0,074 Grm. Indigblau = 82,6 Proc.
b) 0,135 Grm. Indig bedurften 19,8 C.C. normale saure chromsaure Kalilösung, welche 0,099 Grm. reinem Indigblau entsprechen = 73,33 Proc.	b) 0,0896 Grm. Indigo wurden durch 15 C.C. saure chromsaure Kalilösung zersetzt, entsprechend 0,075 reinem Indigblau = 83,7 Proc.
c) Die Chamäleonlösung, welche zur Zerstörung von 0,540 Grm. Indigo nöthig war, oxydirte 0,283 Grm. Eisen.	c) 0,0896 Grm. Indigo entsprachen 0,0527 Eisen.
0,283 Eisen = 0,3815 Grm. Indigblau.	= 0,0712 Indigblau
= 70,6 Proc.	= 79,4 Proc.

Da die drei Methoden bei beiden Indigsorten abweichende Resultate gaben, obgleich sie in ihren Resultaten bei Prüfung einer Lösung von reinem Indigblau vollständig übereinstimmten, so versuchte ich die Küpen, sowohl die von Berzelius angegebene, wobei der Indigo mit schwefelsaurem Eisenoxydul und Kalk reducirt wird, als die Fritzsche'sche, nach welcher man das Indigblau durch Traubenzucker und Natron in alkoholischer Lösung reducirt. Beide Methoden gaben übereinstimmende Resultate, die von dem durch die maassanalytischen Methoden gewonnenen Resultaten bedeutend abwichen.

No. 1.

No. 2.

a) 5,025 Grm. Indigo No. 1	3,117 Grm. Java-Indigo wurden ebenfalls nach der
wurden in einer Flasche	

mit schwefelsaurem Eisenoxydul, Kalk und Wasser zusammengebracht und gut verschlossen digerirt. Die Flasche fasste bis zu ihrem oberen Theilstrich 2510 C.C. Wasser. Nachdem das Indigblau vollständig reducirt war, wurden 1234 C.C. Flüssigkeit, welche also 2,468 reducirten Indigo enthielten, abgezogen. Die Indigweiss enthaltende Flüssigkeit wurde oxydirt und ergab 0,905 Grm. reines, bei 100⁰ getrocknetes Indigblau, welche 36,6 Proc. entsprechen.

Fritzsche'schen Methode reducirt. Von den 670 C.C. Flüssigkeit wurden 446 C.C. abgezogen, welche 2,0748 Indigo enthielten und 0,947 Indigblau gaben = 45,6 Proc.

- b) 4,505 Grm. Indigo No. 1 wurden nach Fritzsche reducirt. Der Inhalt der Flasche bis zum obersten Theilstrich fasste 670 C.C. Nach der Reduction wurden 446 C.C. abgezogen und oxydirt. Diese 446 C.C. enthielten 2,998 Grm. Indigo und gaben 1,103 Grm. Indigblau = 36,7 Procent.

Um zu ermitteln, ob bei Anstellung dieser Küpen auch die gesammte Menge Indigblau im Indigo reducirt worden sei, behandelte ich 4,797 Grm. Indigo von No. 1 zu wiederholten Malen nach der Fritzsche'schen Methode, indem ich die reducirte Flüssigkeit abzog und auf den Rückstand neue Mengen von Alkohol, Traubenzucker und Natron brachte. Diese Behandlung setzte ich so lange fort, bis aus der letzten, fast farblosen Flüssigkeit keine Spur von Indigblau mehr erhalten werden konnte. Das gewonnene Indigblau wog im Ganzen 1,784 Grm.

und entsprach 37,19 Proc., ein Procentgehalt, welcher dem der andern beiden Küpen nahe entsprechend ist.

Der Grund der grossen Verschiedenheit zwischen den Resultaten der Prüfung auf maassanalytischem Wege und der durch die Reduction kann nur von den Nebenbestandtheilen des Indigs herrühren, und in der verschiedenen Wirkung, welche Chlor und Chamäleon ausüben, liegt wohl auch der Grund, dass die durch Chlor wirkenden Lösungen einen grösseren Gehalt an Indigblau im Indig angeben, als das Chamäleon, während beide bei reinem Indigblau übereinstimmende Resultate liefern. Noch grösser werden die Differenzen, wenn man mit Rücksicht auf die nachbleichende Wirkung des Chlors recht anhaltend nach jedesmaligem Zusatz der Normallösung sieden lässt.

Um zu untersuchen, welche von den in dem Indigo neben dem Indigblau enthaltenen Substanzen hauptsächlich nachtheilig auf das Resultat bei den maassanalytischen Methoden einwirken, stellte ich Versuche mit Gemischen aus reinem Indigblau mit Indigbraun und Indigleim an.

100 Theile Indigblau mit 60 Theilen Indigbraun nach Berzelius' Methode dargestellt, gemengt, gaben mit Chamäleon 127,5 Theile Indigblau zu erkennen, also 27,5 Th. mehr als wirklich vorhanden.

100 Th. Indigblau mit 60 Th. Indigbraun und 45 Th. Indigleim gemengt, forderten eine Menge Chamäleon, welche ebenfalls nur 127,7 Theilen Indigblau entsprach.

Um zu sehen, wie das Indigbraun dem rohen Indigo beigemischt sich verhielte, stellte ich folgende Versuche mit dem schon oben erwähnten Java-Indigo an.

- a) 0,0896 Grm. Java-Indigo mit 0,02035 Grm. Indigbraun forderten eine Quantität Chamäleonlösung, welche 0,0582 Grm. Eisen entsprach = 0,0784 Indigblau = 87,5 Proc. Ohne Zusatz von Indigbraun fand ich nach dieser Methode 79,4 Proc.; das zu-

gesetzte Braun zeigte mithin 8,1 Proc. Indigblau mehr an, als wirklich vorhanden.

- b) 0,0896 Grm. desselben Indigs mit 0,02035 Grm. Indigbraun gemengt, verbrauchten 8,1 C.C. normales chlor-saures Kali, entsprechend 0,081 reinem Indigblau oder 90,4 Proc. Ohne Indigbraun ergab derselbe Versuch 82,6 Proc.; das Indigbraun zeigte 7,8 Proc. mehr an.
- c) 16,5 C.C. normales saures chromsaures Kali verbrauchte ich, um 0,0896 Grm. Java-Indigo mit 0,02035 Grm. Indigblau zu entfärben = 0,0825 Grm. Indigblau = 92,1 Proc. Ohne Braun 83,7 Proc., mehr 8,4 Proc.

Ueber Oxygummisäure;

von

Dr. A. Beyer in Tharandt *).

Bei Gelegenheit der Darstellung einer grösseren Menge der von Herrn Prof. Reichardt entdeckten Gummisäure, zum Zweck der Bestimmung einiger noch nicht untersuchter Salze derselben, deren Beschreibung später erscheinen wird, gelang es mir, eine neue Säure zu isoliren, die durch Zersetzung der Gummisäure entstanden ist, und die ich wegen ihres höheren Sauerstoffgehaltes Oxygummisäure genannt habe.

Fällt man nämlich aus der durch Zersetzung des Zuckers mit Kupferoxyd und Kali erhaltenen Flüssigkeit die gebildete Gummisäure direct mit Chlorbaryum, nachdem man vorher mit Ammoniak schwach alkalisch ge-

*) Separatabdruck aus den Annal. der Chem. u. Pharm. CXXXI. Band. 3. Heft, vom Herrn Verfasser eingesendet. D. R.