

diese Krystalle derselben allgemeinen Formel, als die bekannte Chlorverbindung:



	Berechnet:	Gefunden:
Cu	13,97	13,80
Br	70,20	70,32
NH <sub>4</sub>	7,93	—
H <sub>2</sub> O	7,90	7,80

Das Bromid ist wahrscheinlich mit dem Chlorid isomorph.

Unter dem Exsiccator verliert das Salz nach und nach sein ganzes Wasser und verwandelt sich in ein schwärzliches Pulver. Bei 100° findet theilweise Zersetzung statt. Die concentrirte Lösung ist, wie schon gesagt, dunkelweinroth; die verdünnte dagegen ist, wie diejenige der meisten Kupfersalze, schwach bläulichgrün.

Der Übergang von einer Farbe in die andere findet bei gewöhnlicher Temperatur statt, wenn 1 Th. Salz in 3 Th. Wasser gelöst ist.

Je höher die Temperatur, je mehr Wasser kann man der Lösung zufügen, bevor der Übergang von der rothen Farbe in die grüne stattfindet.

Eine Lösung 1:1000 des Doppelsalzes wirkt noch mit grosser Energie auf photographische Silberbilder. Ein überexponirtes Bild auf Chlorsilbergelatinepapier (Aristo-Papier) in eine solche Lösung getaucht, verschwindet in wenigen Augenblicken.

### Mittheilungen

#### der Grossherzogl. Hessischen Prüfungs- und Auskunfts-Station für die Gewerbe in Darmstadt.

##### 1. Zur Kenntniss des Delta-Metalls.

Von

W. Sonne.

Im Anschluss an die Mittheilung von W. Hampe (S. 419 d. Z.) erlaube ich mir, eine ältere Analyse dieser Legirung zu veröffentlichen. Die gegossene Metallprobe wurde 1886 durch Vermittelung von Siecke und Schulz in Berlin von der „Deutschen Delta-Metall-Gesellschaft, Alexander Dick & Comp. in Düsseldorf bezogen und enthielt im Mittel aus mehreren Analysen:

Zinn	0,11 Proc.
Blei	1,10 „
Kupfer	60,54 „
Eisen	1,33 „
Mangan	Spur
Nickel	Spur
Zink	36,92 „

Mangan konnte nur in Spuren, Phosphor dagegen trotz wiederholter Prüfung gar nicht nachgewiesen werden. — Die von Hampe untersuchte Legirung enthielt weniger Kupfer und mehr Zink, wie die von mir untersuchte Probe. Berücksichtigt man, dass A. Dick mehrere Deutsche Patente (No. 18 603 und 22 620) zur Herstellung des Delta-Metalls genommen hat, so dürften kleinere Schwankungen in der Zusammensetzung der jedenfalls zu verschiedenen Zeiten dargestellten Proben nicht auffallen. Die vorliegende Legirung hatte alle für das Delta-Metall angegebenen Eigenschaften.

Vor einigen Jahren kam eine Metalllegirung in den Handel, welche als ein „Mittel zur Herstellung von porenfreiem und besonders zähem Guss“ empfohlen wurde, jedoch nach dem mir vorliegenden Urtheile einer bedeutenden Gieserei ihren Zweck nicht erfüllte und daher in keiner Beziehung dem Delta-Metall, welchem es wohl Concurrenz machen sollte, gleichzustellen ist. Das vorliegende Probestück hatte eine mattglänzende silbergraue Farbe und war ziemlich spröde, so dass es sich schon durch kräftig geführte Hammerschläge zertrümmern liess. Die Analyse ergab:

Zinn	19,41 Proc.
Antimon	Spur
Blei	6,10 „
Kupfer	58,71 „
Eisen	1,42 „
Zink	14,06 „

Phosphor konnte nicht nachgewiesen werden. Der Eisengehalt der Legirung kommt allerdings dem des Delta-Metalls gleich; da indessen nach Thurston<sup>1)</sup> durch einen Zusatz von Zinn zwar die Härte einer Legirung, zu gleicher Zeit aber auch deren Sprödigkeit gesteigert wird, so dürfte der grosse Zinngehalt der zuletzt erwähnten Legirung dieselbe jedenfalls zu ausgedehnter Verwendung untauglich machen.

##### 2. Zusammensetzung eines Waschpulvers.

Von

W. Fahrion.

Unter der Bezeichnung „Waschpulver“ kommen neuerdings Gemenge in den Handel, welche beim Waschen Seife und Soda überflüssig machen sollen. Nachstehend sei die Analyse eines solchen Waschpulvers mitgetheilt, welches unter dem Namen: „Neues desinficirendes Ozon-Waschpulver von

<sup>1)</sup> Ledebur: Metallverarbeitung, S. 34.

Apotheker R. Cunradi, Neu-Ulm“ verkauft wird. Es ist ein lockeres gelbliches Pulver, in welchem sich deutlich weisse Körnchen unterscheiden lassen. Nach der Anpreisung, mit welcher jedes Packet bedruckt ist, macht es nicht nur die besten Seifen entbehrlich, sondern das Waschen erfordert auch weniger Zeit und Mühe. Ferner wirkt es noch infolge seiner „Ozon bildenden Bestandtheile“ bleichend und desinficirend, entfernt alle Flecken, tödtet Insecten, Bacterien u. s. w. und ist daher ein Präservativmittel gegen ansteckende Krankheiten.

Bei der Untersuchung ergab sich, dass das Präparat in Wasser gar nicht vollständig löslich war, sondern einen bedeutenden Rückstand hinterliess. Die Analyse wurde daher in der Weise vorgenommen, dass 10 g zuerst mit Alkohol, dann mit kaltem Wasser ausgezogen und sowohl die alkoholische, wie die wässrige Lösung und der unlösliche Rückstand für sich untersucht wurden:

Wasser	29,67 Proc.		29,67 Proc.
Fettsäure	8,46	In Alko- hol lösl. (Seife)	10,63 "
Na <sub>2</sub> O	1,42		
Glycerin	0,48		
Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	48,22	In Wasser löslich (Soda)	48,84 "
Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	0,28		
NaCl	0,20		
SiO <sub>2</sub>	0,01		
Chem. gebunden. Wasser (aus dem Glühverlust berechn.)	1,58	In Wasser unlöslich. Rückstand, (Thon). h. 105° getrockn.	10,86 "
SiO <sub>2</sub>	5,00		
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (etwas Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> )	4,13		
CaO	0,09		
MgO	0,05		

Der Wassergehalt wurde durch Trocknen des Pulvers bei 105° bestimmt. Die Fettsäure war flüssig, ihr Bleisalz in Äther vollständig löslich. Es sind demnach Stearin- und Palmitinsäure nicht vorhanden, wahrscheinlich dagegen Ölsäure. Das Hydratwasser wurde deshalb mit 3,19 Proc. vom Gewichte der Fettsäure in Abzug gebracht. Der in Wasser unlösliche Rückstand muss seiner Zusammensetzung nach als Thon angesehen werden. Da derselbe reinigende Eigenschaften nicht besitzt, so ist er wohl nur zur Gewichtsvermehrung zugesetzt. Von den üblichen Desinfectionsmitteln konnte weder Borsäure noch Carbolsäure und Salicylsäure nachgewiesen werden. Welche von den aufgefundenen Bestandtheilen Ozon bilden sollen, ist schwer einzusehen. — Das Waschpulver besteht demnach im Wesentlichen aus 30 Proc. Wasser, 10 Proc. Ölsäure-Natron-Seife, 50 Proc. wasserfreier Soda und 10 Proc. Thon. Es bietet somit keinerlei Vorzug vor der gesonderten Anwendung von Seife und Soda, denn dass dieselben gerade in dem angewendeten Verhältnisse (etwa 1 Th. Seife auf 5 Th. wasserfreie Soda) in

besonders hohem Grade reinigend wirken sollten, ist kaum anzunehmen. Ein Packet Waschpulver von 500 g, welches im Kleinverkauf 40  $\text{S}$  kostet, dürfte etwa einen wirklichen Werth von 10  $\text{S}$  haben.

### 3. Zusammensetzung des Kaliumantimonoxalats.

Von  
P. Gaedt.

Das Kaliumantimonoxalat, welches seit mehreren Jahren in den Handel gebracht wird, um als Ersatz für Brechweinstein in der Färberei zu dienen, wurde bekanntlich zuerst von N. Svenssen (Ber. deutsch. G. 1870, S. 314) dargestellt. Das Salz hat nach Svenssen die Formel  $\text{Sb}_2(\text{C}_2\text{O}_4)_3 \cdot 3\text{K}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ , es krystallisirt mit 12 Mol. Wasser, von denen es 6 H<sub>2</sub>O beim Trocknen verliert<sup>1)</sup>. Jedoch wird wohl allgemein angenommen, dass das im Handel vorkommende Product 12 Mol. Krystallwasser enthält<sup>2)</sup>. Indessen krystallisirt dasselbe auch mit 8 Mol. Krystallwasser, wie durch folgende Analyse eines von Rud. Koepp u. Comp. (Oestrich a. Rh.) erhaltenen Musters von Kaliumantimonoxalat bewiesen wird.

Das Salz enthielt im Mittel aus je zwei übereinstimmenden Zahlen:

	Gefunden:	Berechnet für die Formel $\text{Sb}_2(\text{C}_2\text{O}_4)_3 \cdot 3\text{K}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$ :
Wasser	12,26 Proc.	12,55 Proc.
Antimon	21,36 "	21,01 "
Kalium	20,48 "	20,45 "
Oxalsäure (C <sub>2</sub> O <sub>4</sub> )	45,89 "	45,99 "

Das Salz krystallisirte in grossen wasserhellen, gut ausgebildeten Krystallen von prismatischem Habitus, welche beim Stehen über Schwefelsäure verwitterten und langsam an Gewicht abnahmen. Trocknet man jedoch das feingepulverte Salz über Schwefelsäure, so entweicht rasch ein grosser Theil des Krystallwassers. — Das Wasser wurde durch Trocknen der gepulverten Probe bei 120° bestimmt, das Antimon aus der Lösung des Salzes in sehr verdünnter Salzsäure als Schwefelantimon abgeschieden<sup>3)</sup>, das Kalium in der vom Schwefelantimon abfiltrirten Flüssigkeit als schwefelsaures Kalium bestimmt. Die Oxalsäure wurde

<sup>1)</sup> Beilstein, Handb. der org. Chemie. II. Aufl. Bd. 1, S. 581.

<sup>2)</sup> Vgl. Jahresb. 1885, S. 984. — Als Formel für das oxalsaure Antimonoxyd-Kali wird stets  $\text{Sb}(\text{C}_2\text{O}_4\text{K}_3) \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  angegeben, was der verdoppelten Formel  $\text{Sb}_2(\text{C}_2\text{O}_4)_3 \cdot 3\text{K}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$  entspricht.

<sup>3)</sup> Es wurde dabei genau das in der Anleit. z. quant. Anal. von R. Fresenius, Bd. 1, S. 354 angegebene Verfahren eingehalten.

sowohl aus der Kohlensäuremenge, welche sich beim Zersetzen des Salzes mit Braunstein und Schwefelsäure entwickelte, berechnet, als auch als oxalsaurer Kalk aus der vom Antimon befreiten Lösung des Salzes gefällt. — Der Gehalt des oxalsauren Antimonoxyd-Kali's an  $\text{Sb}_2\text{O}_3$  berechnet sich aus der Formel  $\text{Sb}_2(\text{C}_2\text{O}_4)_3 \cdot 3 \text{K}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 8 \text{H}_2\text{O}$  zu 25,19 Proc., während in dem krystallwasserreicheren Salze  $\text{Sb}_2(\text{C}_2\text{O}_4)_3 \cdot 3 \text{K}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 12 \text{H}_2\text{O}$  23,70 Proc.  $\text{Sb}_2\text{O}_3$  enthalten sind, was also einer Differenz von 1,49 Proc.  $\text{Sb}_2\text{O}_3$  entspricht.

P. Kay<sup>4)</sup> scheint ein 4 Mol. Krystallwasser enthaltendes Kaliumantimonoxalat analysirt zu haben. Jedoch stimmen die von demselben angegebenen Zahlen nur sehr schlecht auf die Formel  $\text{Sb}_2(\text{C}_2\text{O}_4)_3 \cdot 3 \text{K}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 4 \text{H}_2\text{O}$ . Das untersuchte Salz stammte ebenfalls aus der oben angegebenen Fabrik.

#### 4. Zur Prüfung der Bernsteinlacke.

Von

W. Sonne.

Die unter dem Namen „Bernsteinlack“ im Handel vorkommenden Präparate werden bekanntlich durch Auflösen von Bernstein oder Bernstein-Colophonium in Leinölnriss und Terpentinöl dargestellt. Sehr wahrscheinlich wird in vielen Fällen von der Anwendung des Bernsteins abgesehen und das billigere Bernstein-Colophonium benutzt. Jedenfalls muss der Bernsteinlack, wenn er richtig bereitet wird, als ein sehr werthvoller Lack, welcher dem Copallacke nur wenig an Güte nachsteht, angesehen werden. Der Nachweis, ob zu einem Lacke wirklich bernsteinhaltiges Material genommen worden ist, lässt sich rasch nur dadurch führen, dass Bernsteinsäure als solche aus der vorliegenden Lackprobe abgeschieden wird. Da nun das Bernstein-Colophonium selbstverständlich nur noch sehr geringe Mengen Bernsteinsäure enthält und durch die hohe zur Lackbereitung nothwendige Temperatur noch dazu ein grosser Theil dieser Bernsteinsäure verloren geht, so ist auch in gutem Bernsteinlacke nur sehr wenig Bernsteinsäure enthalten, deren Auffindung keineswegs leicht ist. Beim Schütteln von Bernsteinlack mit warmer Salzsäure wurde die Bernsteinsäure nicht von der Salzsäure aufgenommen; auch Kochen des Lackes mit alkoholischem Kali führte nicht zum Ziele. Sehr schnell dagegen gelang die Abscheidung der Bernsteinsäure, als der Lack mit verdünnter Salpetersäure behandelt wurde.

<sup>4)</sup> Chem. N. 57 S. 193; —  $\text{K}_3\text{Sb}(\text{C}_2\text{O}_4)_3 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$ .

Man verfährt dabei zweckmässig folgendermaassen: 20 cc Lack werden in eine Kochflasche von etwa 300 cc Inhalt gebracht, 50 cc verdünnte Salpetersäure (spec. Gew. 1,20) zugesetzt, das Ganze wiederholt umgeschüttelt und auf dem Sandbade schwach erwärmt. Die bald eintretende heftige Reaction wird — um die Bildung harzartiger Oxydationsproducte möglichst zu vermeiden und das Übersteigen der Masse zu verhüten — durch Berieseln mit kaltem Wasser gemässigt, und das Erwärmen und Wiederabkühlen einige Zeit (etwa 15 Minuten) lang fortgesetzt, bis sich die Harze des Lacks als zähe fadenziehende Masse abgeschieden haben. Dann wird die Salpetersäure, welche nunmehr die Bernsteinsäure des Lacks grösstentheils enthält, abgegossen, der Rückstand mehrmals mit Wasser nachgespült, die sauren wässrigen Auszüge filtrirt und unter wiederholtem Wasserzusatz auf dem Wasserbade verdampft, bis die Salpetersäure vollständig verjagt ist. — Es hinterbleibt dann ein zäher Syrup in geringer Menge, welcher in etwa 10 cc Wasser gelöst wird. Diese Lösung wird mit dem zehnfachen Volumen Äther (100 cc) tüchtig durchgeschüttelt, die ätherische Schicht abfiltrirt, der Äther abdestillirt, der im Destillationsgefässe hinterbleibende Rückstand noch etwas im lebhaft kochenden Wasserbade erwärmt, um die letzten Spuren Äther zu verjagen, dann auf ein Uhrglas gebracht und in den Exsiccator gestellt. Nach etwa 12 Stunden beginnt die Bernsteinsäure sich in kleinen Krystallen aus der syrupösen Mutterlauge abzuscheiden. Die Menge dieser Krystalle nimmt beim weiteren Stehenlassen schnell zu, und es können dieselben durch Abpressen von der Mutterlauge getrennt, aus Wasser umkrystallisirt und durch ihren Schmelzpunkt, sowie ihre sonstigen Eigenschaften leicht als Bernsteinsäure erkannt werden. Man kann so innerhalb 24 Stunden nachweisen, ob ein Lack in der That den Namen „Bernsteinlack“ verdient.

Darmstadt, August 1888.

#### Mittheilung über Pfefferuntersuchungen aus dem städt. Untersuchungsamt Cannstatt.

Von

J. N. Zeitler.

Bei Gelegenheit der Untersuchung einer Anzahl von Proben gemahlener schwarzen Pfeffers, die einen Aschengehalt von 10,22