

dem abgemessenen Flüssigkeitsvolumen gelöst enthalten angenommen werden muss.

Es ist für den Verlauf der Untersuchung ziemlich gleichgiltig, ob man Anilin oder Nitrobenzol zur Anwendung bringt. Ein Unterschied besteht nur insofern, als bei Verwendung des Nitrobenzols etwas schöner ausgebildete Krystalle erhalten und die Korkverbindungen weniger angegriffen werden. Beim Auslaugen mit Anilin werden die Korkstöpsel derart weich, dass sie nach 2- bis längstens 3maligem Gebrauch ausgewechselt werden müssen. Trotzdem habe ich bei meinen Versuchen dem Anilin den Vorzug gegeben, da mir das Arbeiten mit Nitrobenzol physisches Unbehagen bereitete.

Bemerkt sei ferner noch, dass es stets wünschenswerth erscheint, mit dem erhaltenen Indigotin eine Aschenbestimmung auszuführen, da die Möglichkeit nicht ausgeschlossen ist, dass trotz des unten angebrachten Baumwollbausches etwas Staubsand mit hinabgespült wird. Bei den vielfachen von mir ausgeführten Bestimmungen habe ich einen Aschengehalt von höchstens 0,7 Proc. gefunden.

Aus den im Nachstehenden zusammengestellten Untersuchungen ergibt sich ferner, dass die auf ein und dieselbe Probe bezüglichen Versuchsergebnisse unter einander eine befriedigende Übereinstimmung aufweisen.

	I. Proc.	II. Proc.	III. Proc.
Indigotin (nach Fritzsche's			
Methode gereinigt) . . . . .	94,72	95,25	—
Gereinigter Handelsindigo . . . . .	86,45	87,12	87,36
Javaindigo I . . . . .	67,56	67,83	68,29
II . . . . .	59,52	59,50	—
Bengalindigo II . . . . .	53,61	53,97	54,53
III . . . . .	47,65	48,12	—
Kurpah . . . . .	49,38	49,87	—

Das im Vorstehenden beschriebene Verfahren eignet sich natürlich auch zur raschen und bequemen Darstellung von reinem Indigotin, besonders wenn man die durch Auslaugung gewonnenen Krystalle einer neuerlichen Behandlung im Extractionsapparate, aber ohne Zuhilfenahme irgend eines Vertheilungsmaterials, unterwirft. So erhaltene Krystallisationen erwiesen sich als sogut wie aschenfrei und gaben bei der Elementaranalyse die für die aufgestellte Formel geltenden Werthe in sehr guter Übereinstimmung. Leider kam ich nicht in die Lage, mit diesem Präparate eine spectralanalytische Bestimmung ausführen zu können.

## Prüfung von Olein des Handels auf Leinölsäure.

Von

K. Hazura.

Granval und Valser machen im Cercle pharm. Marne No. 38 darauf aufmerksam, dass Olein mit Leinölsäure gemischt auf den Markt gebracht wird und dass solches Olein, in Wollspinnereien zum Anfetten von Wolle angewendet, grosse Unbequemlichkeiten verursacht hat. Sie geben auch einige Anhaltspunkte, wie in einem solchen Olein die Leinölsäure nachgewiesen werden kann.

Wenn ich auch nicht daran zweifle, dass in vielen Fällen die angegebenen Prüfungen genügen werden, so glaube ich doch, ein Verfahren angeben zu können, welches nur in dem Falle versagt, wenn die Beimengungen von Leinölsäure unter 1 Proc. fallen.

Dasselbe gründet sich auf folgende That-sachen:

1. Olein enthält der Hauptsache nach Ölsäure  $C_{18}H_{34}O_2$  und geringe Mengen von Linolsäure  $C_{18}H_{32}O_2$  und gibt bei der Oxydation seiner alkalischen Lösungen mit Lösungen von Kaliumpermanganat als feste Oxydationsproducte die bei  $137^\circ$  schmelzende, in Wasser und Äther fast unlösliche Dioxystearinsäure  $C_{18}H_{34}O_2(OH)_2$ , die bei  $173$  bis  $175^\circ$  schmelzende, in Wasser sehr schwer, in Äther dagegen unlösliche Tetraoxystearinsäure (Sativinsäure)  $C_{18}H_{32}O_2(OH)_4$  und die in Äther und Wasser leicht lösliche Azelaänsäure  $C_9H_{16}O_4$ .

2. Die Leinölsäure besteht aus geringen Mengen von Ölsäure  $C_{18}H_{34}O_2$ , aus Linolsäure  $C_{18}H_{32}O_2$  und der Hauptmenge nach aus Linolen- und Isolinolensäure  $C_{18}H_{30}O_2(OH)_6$ . Bei der Oxydation alkalischer Lösungen von Leinölsäure mit Lösungen von Kaliumpermanganat entstehen als feste Oxydationsproducte Dioxystearinsäure  $C_{18}H_{34}O_2(OH)_2$ , Tetraoxystearinsäure  $C_{18}H_{32}O_2(OH)_4$ , zwei Hexaoxystearinsäuren  $C_{18}H_{30}O_2(OH)_6$  und Azelaänsäure. Die eine von den Hexaoxystearinsäuren, die bei  $203^\circ$  schmelzende Linusinsäure, ist in Wasser schwer, in Äther vollkommen unlöslich; die zweite, die Isolinusinsäure, ist in Wasser leicht löslich, dagegen unlöslich in Äther. Ihr Schmelzpunkt liegt bei  $173^\circ$ .

Die auf diesen That-sachen fussende Untersuchungsmethode des Oleins ist folgende:

50 g des fraglichen Oleins werden mit  
38°

verdünntem alkoholischen Kali auf dem Wasserbade verseift, die erhaltene Kaliseife vom Alkohol befreit und in 1 l Wasser gelöst. Diese Lösung, welche stark alkalisch sein muss, wird nun mit 1 l einer 5proc. Lösung von Kaliumpermanganat langsam und unter Umrühren vermisch. Nach etwa  $\frac{1}{2}$  bis 1 Stunde filtrirt man vom gebildeten Manganhyperoxydhydrat ab, säuert das Filtrat mit Schwefelsäure an und filtrirt abermals von dem gebildeten Niederschlag ab. Das nun erhaltene Filtrat wird mit Ätzkali neutralisirt und auf etwa 300 cc eingedampft, und wieder mit Schwefelsäure angesäuert, wobei abermals ein Niederschlag entsteht.

Die saure Flüssigkeit wird nun, ohne den Niederschlag zu entfernen, mit Äther geschüttelt. Löst sich der Niederschlag vollständig in Äther auf, so bestand er nur aus Äzelänsäure  $C_9H_{16}O_4$  und das Olein ist in diesem Falle frei von Leinölsäure.

Löst sich aber der Niederschlag nicht in Äther auf, so kann man schon mit grosser Wahrscheinlichkeit auf das Vorhandensein von Leinölsäure schliessen. Um ganz sicher zu gehen, wird der in Äther unlösliche Niederschlag abfiltrirt, einigemal aus Wasser oder Alkohol unter Zusatz von Thierkohle umkrystallisirt und, nachdem er lufttrocken geworden, sein Schmelzpunkt bestimmt. Liegt derselbe über  $160^\circ$ , so ist die Leinölsäure zweifellos nachgewiesen.

Hat man eine grössere Menge des über  $160^\circ$  schmelzenden Oxydationsproductes erhalten, so kann man zur weiteren Controle dessen Säurezahl bestimmen. Dieselbe darf 150 nicht übersteigen, da die Säurezahl der Hexaoxystearinsäuren, welche in diesem Oxydationsproduct enthalten sind, 147,3 beträgt.

Laboratorium der chem. Fabrik H. Trommsdorff, Erfurt.

## Darstellung von Schwefelnatrium.

Von

J. V. Esop.

Das Schwefelnatrium kann hauptsächlich nach zweierlei Verfahren im Grossbetriebe dargestellt werden: entweder durch Umsetzung, oder durch Reduction des Natriumsulfates. Für den ersten Process, der sich in der Praxis später Eingang verschaffte, nahmen der Verein chemischer Fabriken in Mannheim und der Österreichische Verein für chemische und metallurgische Producte

Aussig an der Elbe Patente (Jahresb. 1884 S. 1151).

Ein anderer Umsetzungsprocess wäre die Überführung des Natronsulfates mittels Schwefelbaryum in Schwefelnatrium und Baryumsulfat. Es wäre praktisch nur in Blancfix-Fabriken durchzuführen.

Schwefelbaryum ist sehr billig in einem gewöhnlichen Sodaschmelzofen mit Handbetrieb durch Reduction gemahlener Schwespathes herzustellen und gibt Schmelzen mit 42 bis 45 Proc. Ba S.

Dasselbe lässt sich sehr gut auslaugen und gibt Lösungen von gelblicher Farbe. Um diese mit Natronsulfatlaugen zu fällen, wird das rohe, im Kollergange gemahlene schwefelsaure Natron aufgelöst und mit Kalkmilch von jedwedem schweren Metalle befreit.

Bei vorsichtiger Fällung ergibt sich ein weisser Niederschlag von Blancfix, während in der Lösung Schwefelnatrium verbleibt.

Es ist mir nicht bekannt, ob dieses Verfahren praktische Anwendung gefunden hat, jedenfalls verdient es aber Berücksichtigung.

Die Gewinnung des Schwefelnatriums durch Reduction von rohem Natriumsulfat hat sehr viel Ähnlichkeit mit der Darstellung von Leblancsoda. Das rohe Natronsulfat wird auf einem Kollergang in grobes Pulver verwandelt und lässt sich dann sehr leicht mit Staubkohle reduciren. Theoretisch wären auf 1 Mol. Sulfat 4 At. Kohlenstoff nöthig:

$Na_2SO_4 + 4C = Na_2S + 4CO$  oder 142 Th.  $Na_2SO_4$  und 48 Th. Kohlenstoff geben 78 Th.  $Na_2S$ . Vortheilhafter ist es auf 150 k Sulfat 100 k Staubkohle zu nehmen.

Der Schmelzofen ist etwa 6 m lang, 2 m breit und 1,7 m hoch, innen mit gutem feuerfesten Materiale ausgemauert und in drei Theile der Länge nach eingetheilt. Der eigentliche Feuerraum hat flachen Rost von etwa 85 cm Länge und eben solcher Breite, von wo die Flamme über die Feuerbrücke in den eigentlichen Schmelzraum gelangt. Die dritte Abtheilung, welche von der zweiten nicht abgegrenzt ist, bildet den Vorwärmeraum. Er dient zum Beschicken des Schmelzofens und zum Vorwärmen der frisch eingefüllten Mischung. In diesem Raume, aus welchem die Flamme ebenfalls über eine Feuerbrücke in den Rauchkanal abzieht, verbleibt die Mischung etwa  $1\frac{3}{4}$  Stunden, währenddem in dem Schmelzraume die bereits vorgewärmte Schmelze zur vollständigen Reduction gelangt. Zum Vorwärmen und vollständigen Schmelzen einer Beschickung sind etwa 75 bis 80 k guter Kohle erforderlich. Ist der Schmelzprocess