

Zur Analyse wurde das krystallinische Bromid des Esters im Vakuum über Schwefelsäure getrocknet.

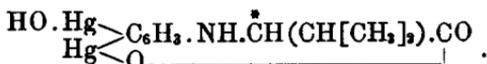
0.2004 g Sbst.: 0.1190 g HgS. — 0.2075 g Sbst.: 0.1006 g AgBr.

$C_{13}H_{17}O_2NBr_2Hg_2$  (779.1). Ber. Hg 51.34, Br 20.53.

Gef. » 51.17, » 20.63.

Das Jodid des Esters wurde in analoger Weise erhalten. Es ist ein schwach gelblicher Körper, der, in Essigäther gelöst und mit Petroläther gefällt, in Nadeln vom Schmp. 128° (korr. 129°) krystallisiert.

Dioxyquecksilber- $\alpha$ -anilido-isovaleriansäure-anhydrid,



2 g des vorbeschriebenen Diacetatquecksilberesters werden zur Verseifung mit 90 ccm  $\frac{2}{10}$ -Natronlauge ( $3\frac{1}{4}$  Mol.) etwa 5 Min. gekocht. Wenn Lösung eingetreten ist, wird, falls nötig, filtriert und dann mit 27 ccm  $\frac{2}{10}$ -Schwefelsäure ( $1\frac{1}{4}$  Mol.) gefällt. Ein Überschuß von Säure ist wie stets zu vermeiden. Das Gewicht des gewaschenen und getrockneten, amorphen, rein weißen Niederschlags betrug 1.5 g entsprechend 90% der Theorie.

Er nimmt wie das Anhydrid der Dioxyquecksilber- $\alpha$ -anilidobuttersäure im Dampfschrank getrocknet, an der Luft sehr schnell wieder an Gewicht zu. Deshalb wurde ebenfalls in einem luftdicht schließenden Röhrchen konstant gewogen.

Der Zersetzungspunkt liegt bei 221° (korr. 226°).

Zur Analyse wurde die Substanz, wie oben angegeben, im Dampfschrank getrocknet.

0.1979 g Sbst.: 0.1610 g  $\text{CO}_2$ , 0.0390 g  $\text{H}_2\text{O}$ . — 0.2274 g Sbst.: 4.8 ccm N (23°, 757 mm). — 0.1468 g Sbst.: 0.1119 g HgS.

$C_{11}H_{13}O_2NHg_2$  (607.1). Ber. C 21.75, H 2.16, N 2.31, Hg 65.89.

Gef. » 22.19, » 2.30, » 2.39, » 65.68.

### 178. R. Scholl: Ein Versuch zur Veranschaulichung der reduzierenden Eigenschaften von Cellulose.

[Aus dem Chemischen Institut der Universität Graz.]

(Eingegangen am 20. April 1911.)

Daß Cellulose reduzierende Eigenschaften betätigen kann, ist eine bekannte Tatsache. Fehlingsche Lösung z. B. wird beim Kochen reduziert, worauf C. Schwalbe ein Verfahren zur Unterscheidung der verschiedenen Cellulosearten gegründet hat<sup>1)</sup>. Reine und mercerisierte ( $\rightarrow$ Hydrat $\leftarrow$ ) Cellulose reduzieren nicht oder in geringfügigem

<sup>1)</sup> B. 40, 1347, 4523 [1907].

Maße, Hydrocellulosen deutlich, Oxycellulosen stark. Auch bei Abwesenheit von Alkali oder anderen Fremdstoffen können solche Reduktionen beobachtet werden, wenn man die Wirkung des Lichtes zu Hilfe nimmt. Mit Anthrachinon-azin gelb gefärbte Baumwolle wird nach mehrwöchentlicher Belichtung blau, unter Reduktion des Anthrachinon-azins zu Indanthren<sup>1)</sup>, und das goldgelbe Flavanthren wird auf der Baumwollfaser durch intensive Sonnenbestrahlung in wenigen Stunden in grünes Dihydro-flaventhren verwandelt<sup>2)</sup>.

Die reduzierende Wirkung von Cellulose bezw. gewisser Cellulosearten läßt sich nun, wie ich mit Hrn. Erw. Benesch beobachtet habe, durch folgenden Versuch in hübscher Weise in wenigen Minuten zur Anschauung bringen. Man bereitet durch Aufkochen von Flavanthren in Wasser mit etwas verdünnter Natronlauge und festem Natriumhydrosulfit (B. A. S. F.) eine verdünnte Flavanthrenküpe, die bei Verwendung von z. B. 0.03 g Farbstoff auf 100 g Wasser noch tief dunkelblau ist. In der heißen Küpe färbt man die auf ihre Reduktionskraft zu prüfende Cellulose durch Digerieren während einiger Sekunden, wäscht aus und entwickelt den gelben Farbstoff an der Luft in einigen Minuten oder augenblicklich durch Übergießen mit Hypochloritlösung. Wird die ausgewaschene Cellulose nun mit etwa  $\frac{2}{1}$ -n. Natronlauge zum Sieden erhitzt, so geht die gelbe Farbe auf der Faser je nach Art der angewandten Cellulose und ihrem Gehalte besonders an Oxy- oder Hydrocellulose mehr oder weniger rasch wieder in das Dunkelblau der Küpe über. Oxycellulose<sup>3)</sup> wird fast augenblicklich dunkelblau, ein gewöhnlicher, nicht sorgfältig gebleichter Baumwollsatın des Handels oder gewöhnliches schwedisches Filtrierpapier in weniger als 1 Minute, Verbandwatte oder ein sorgfältig gebleichter Satın bedarf der doppelten bis mehrfachen Zeit.

Wenn man einen stark gebleichten, oxycellulose-haltigen Satın vor dem Färben mit Flavanthren mit verdünnter Natronlauge auskocht, also die Oxycellulose zerstört bezw. in Lösung bringt, dann tritt die Bläuung natürlich viel langsamer ein. Aus demselben Grunde verläuft der Versuch mit demselben Streifen Satın ein zweites Mal mit vermindertem Erfolge. Andererseits wird mit siedender Natronlauge vorbehandelter und dann gefärbter Satın durch Erhitzen mit dem alkalischen Auszug, in dessen mehr oder weniger stark gelber Farbe man zugleich einen Maßstab für den Bleichgrad

<sup>1)</sup> Scholl und Berblinger, B. 36, 3436 [1903].

<sup>2)</sup> Scholl, B. 40, 1692 [1907].

<sup>3)</sup> Nach Vignon, C. r. 125, 448 [1897].

der angewandten Cellulose hat, rascher gebläut als mit reiner Natronlauge.

Mit einer stark gebleichten Cellulose — ich benutzte einen gewöhnlichen Baumwollsatın des Handels — läßt sich übrigens Flavanthren direkt verküpen, wenn man sie mit einer Spur des Farbstoffes <sup>1)</sup>, am besten gefälltem <sup>2)</sup>, und  $\frac{2}{1}$ -n. Natronlauge  $\frac{1}{2}$  Minute kocht.

Ebensowohl wie Flavanthren lassen sich für diese Versuche andere Kúpenfarbstoffe, z. B. Pyranthron <sup>3)</sup> (Indanthren-Goldorange des Handels) und Anthrachinon-azin <sup>4)</sup> verwenden. Beim Pyranthron schlägt die Farbe von orange in fuchsinrot, beim Anthrachinon-azin (das man auf der Faser durch kurzes Erwärmen von Indanthrengefärbter Baumwolle mit verdünnter Salpetersäure erzeugt) von gelb in blau um. Mit Indigo gelingen die Versuche nicht so schön und brauchen etwa die 5-fache Zeit.

Man könnte zunächst geneigt sein, in den mitgeteilten Versuchen einen Hinweis darauf zu erblicken, daß beim sogen. Druckverfahren von Kúpenfarbstoffen »ohne Reduktionsmittel« die Farbstoffe durch die Cellulose vorübergehend in ihre alkalilöslichen Reduktionsprodukte übergeföhrt, in dieser Form von der Faser adsorbiert und durch den Luftsauerstoff in die Dauerformen der echten Färbungen verwandelt werden.

Demgegenüber wäre zu bemerken, daß das Druckverfahren »ohne Reduktionsmittel« richtig aufzufassen ist als ein Verfahren, bei dem ein Reduktionsmittel nicht besonders zugesetzt wird. Die Rolle des letzteren hat aber dabei, jedenfalls in der Hauptsache, nicht die Faser übernommen, sondern das in der Druckfarbe enthaltene Verdickungsmittel, wie Dextrin, Gummi u. a. Es ist das die Auffassung, welche die Badische Anilin- und Soda-Fabrik in ihrem schönen Buche »Indigo rein BASF«, 2. Auflage, Seite 148, niedergelegt hat.

<sup>1)</sup> Nimmt man zuviel Farbstoff in gefälltem Zustande, so wird das blaue Kúpensalz durch den Überschuß des ungelösten Farbstoffes absorbiert.

<sup>2)</sup> Man löst den Farbstoff in 1 Tropfen konzentrierter Schwefelsäure, fällt durch  $\frac{2}{1}$ -n. Natronlauge und benutzt die erhaltene Suspension.

<sup>3)</sup> Scholl, B. 43, 346 [1910].

<sup>4)</sup> Scholl und Berblinger, B. 36, 3436 [1903].