

avons entrevu, mais trop tard, dans les feuilles fraîches du polygonum. Cet acide s'est présenté à nous dans l'extrait alcoolique n° 5, épuisé par l'éther de la résine jaune.

Ce résidu, insoluble dans l'éther et l'alcool à 40°, était soluble dans l'alcool faible et dans l'eau; la liqueur légèrement rougeâtre était acide aux réactifs; elle se colorait en jaune par les dissolutions alcalines, précipitait en jaune par les dissolutions terreuses et métalliques.

Cette coloration des liqueurs et des précipités était due à la présence d'une petite quantité de chlorophylle jaune; car, soit en prolongeant plus longtemps les lavages de l'éther, soit en filtrant sur du noir animal pur, l'on obtenait une liqueur incolore qui jouissait des mêmes propriétés que la liqueur primitive, excepté qu'elle ne se colorait plus en jaune, et que les précipités qu'elle formait avec les dissolutions étaient incolores.

N° 6.

L'extrait aqueux n° 6 était acide, et sa solution aqueuse présentait les propriétés de l'acide dont nous venons de parler. L'eau avait donc enlevé aux feuilles de polygonum une petite quantité d'acide qui avait échappé au traitement alcoolique; l'extrait aqueux contenait en outre de la gomme, du sulfate de potasse, du chlorure de potassium.

N° 7. — Pectine.

La liqueur alcaline n° 7 précipitait en gelée par les acides. Ce précipité gélatineux donne, par la dessiccation, une matière cornée, et la liqueur offre tous les caractères des pectates alcalins, tels que : précipitation par les sels de chaux, de baryte, de plomb et d'argent, etc.

Les feuilles du polygonum contiennent de la pectine; car lorsqu'on les traite par l'eau, soit vertes, soit desséchées, les solutions aqueuses se prennent en gelée par les acides concentrés, ou mieux encore par l'alcool.

Dans notre traitement analytique, l'eau n'a pas dissous de pectine; l'alcool lui avait fait subir sans doute une modification; il la transforme en une gelée, qui, comme l'on sait, est insoluble dans l'eau, même à l'ébullition; mais sous l'influence des alcalis, la pectine se dissout en devenant acide pectique que nous avons précipité en gelée, en saturant la base qui la rendait soluble.

Extraction.

Nous avons suivi le procédé de M. Braconnot, pour extraire la pectine du polygonum tinctorium. En faisant bouillir en effet la feuille sèche dans l'eau distillée, l'on obtient une solution visqueuse qui peut même se prendre en gelée, si elle est suffisamment concentrée; cette solution, additionnée d'alcool fort, se prend en masse gélatineuse; mise à égoutter sur un linge, lavée d'abord avec de l'alcool, puis avec de l'eau, elle se présente alors sous la forme d'une

gelée presque incolore. Nous ne pensons pas que la pectine soit libre dans le polygonum, mais bien combinée avec de la potasse, car cette pectine, soumise à l'incinération, laisse un résidu considérable de carbonate de potasse.

Albumine.

La solution alcaline n° 7 contient aussi de l'albumine, celle-ci, coagulée par l'alcool, n'a pu se dissoudre dans l'eau. La solution alcaline l'avait dissoute, ainsi que nous avons pu nous en convaincre par les précipités, que le tannin et le chlore ont fait naître dans la liqueur.

Extraction.

Les caractères que nous venons de donner pour constater la présence de l'albumine dans les feuilles du polygonum, seraient loin d'être suffisants; mais vient-on à prendre le suc filtré des feuilles fraîches, et à le soumettre à l'action de la chaleur, l'on voit bientôt des flocons rougeâtres nager dans la liqueur et se rassembler à sa surface; ces flocons, recueillis et lavés, offrent tous les caractères de l'albumine.

N° 8.

Par un contact plus prolongé des feuilles du polygonum dans une solution bouillante de carbonate de soude, nous avons obtenu une liqueur alcaline, ne précipitant plus d'acide pectique, mais contenant de l'oxalate de soude, résultant de la décomposition de l'oxalate de chaux contenu dans la feuille, par le carbonate de soude. En saturant en effet l'excès de carbonate de soude par l'acide acétique, et précipitant par le sous-acétate de plomb, nous avons obtenu un précipité d'oxalate de plomb, lequel, décomposé par l'acide sulfhydrique, nous a donné des cristaux d'acide oxalique.

N° 9.

Il ne restait plus de la feuille, épuisée par les dissolvants, que du ligneux et des sels insolubles. Les cendres qui proviennent de leur incinération, ne renfermant que des sels insolubles, tels que des carbonates de chaux et de magnésie, et de l'oxyde de fer, nous avons suivi une autre marche pour connaître les sels, tant solubles qu'insolubles, contenus dans la feuille.

Pour arriver à la connaissance des sels, soit minéraux, soit organiques, contenus dans les feuilles du polygonum, nous avons d'abord soumis les feuilles à l'incinération; les cendres étaient en partie solubles dans l'eau, en partie insolubles; nous étudierons donc chacune de ces deux portions.

Sels solubles.

Le produit de la lixiviation des cendres du polygonum, évaporé, laissait un résidu alcalin déliquescant à l'air: repris par une petite quantité d'eau distillée, la liqueur ne précipitait ni par l'acide sulf-

hydrique, ni par les sulphydrates alcalins, ni par le carbonate de soude; il donnait au contraire, par le chlorure de platine, un précipité jaune grenu de chlorure double de potassium et de platine. Une solution concentrée d'acide picrique y faisait naître un précipité cristallin jaune orangé, de picrate de potasse, etc.; nous avons eu, en un mot, toutes les réactions des sels de potasse.

La solution saline faisait effervescence par les acides, et le gaz qui se dégageait était de l'acide carbonique.

L'acide hydrochlorique, tout en dégageant de l'acide carbonique, y faisait naître un précipité gélatineux, offrant tous les caractères de l'acide silicique; l'eau de baryte donnait, dans la liqueur étendue et saturée par l'acide hydrochlorique, un précipité abondant insoluble dans l'acide nitrique pur, lequel, calciné dans un petit tube avec du charbon, nous a donné de l'hydrogène sulfuré, lorsque nous avons traité le résidu par un acide. Nous avons, en un mot, toutes les données propres à nous déceler la présence de l'acide sulfurique.

Le nitrate d'argent a fait naître dans la solution un précipité blanc cailleboté, insoluble dans l'acide nitrique pur, très-soluble dans l'ammoniaque: notre liqueur contenait donc un chlorure.

En opérant ainsi nous nous sommes assurés que notre solution saline ne contenait que :

Du carbonate	} de potasse.
Du silicate	
Du sulfate	
De l'hydrochlorate	

Le silicate provient, à n'en pas douter, de la silice que contient la feuille.

Quant au carbonate, il doit provenir de la combinaison naturelle de la pectine et de la potasse, car c'est en vain que nous avons recherché soit dans la feuille verte, soit dans la feuille sèche, la présence d'un sel soluble à acide organique; et comme d'un autre côté la pectine pure, ou du moins la pectine qui ne cède plus rien aux dissolvants tels que l'eau, l'alcool, l'éther, comme cette pectine contient une quantité notable de potasse, nous croyons pouvoir conclure que le carbonate de potasse des cendres provient de la combinaison saline de la pectine et de la potasse, existant dans les feuilles du polygonum.

Sels insolubles.

Les cendres épuisées de toutes leurs parties solubles dans l'eau, ont été traitées par de l'acide acétique bouillant. Il s'y est manifesté aussitôt une vive effervescence; une portion de la matière s'est dissoute. Le liquide décanté et étendu d'eau ne précipitait ni par l'acide sulfhydrique, ni par le sulphydrate d'ammoniaque.

Le carbonate de soude y faisait naître un précipité blanc; l'ammoniaque précipitait aussi en blanc la liqueur neutre; le phosphate d'ammoniaque y déterminait sur-le-champ un précipité grenu cristallin, possédant les caractères du phosphate ammoniaco-

TOME II. 4° s.

magnésien: l'acide acétique avait donc dissous de la magnésie; il avait aussi dissous de la chaux, car la liqueur précipitait abondamment par l'oxalate d'ammoniaque, par l'acide sulfurique, etc.

A l'action de l'acide acétique sur les cendres nous avons fait succéder celle de l'acide nitrique, qui a dissous du fer et de la magnésie, qui n'avait pas été attaquée par l'acide acétique.

Le résidu insoluble dans l'acide nitrique, calciné avec de la soude dans un petit creuset d'argent, nous a donné pour produit de la calcination une matière soluble dans l'eau, présentant toutes les propriétés du silicate de soude.

Nous avons dit que la portion des cendres qui était insoluble dans l'eau faisait effervescence par les acides: le gaz qui s'en dégageait, présentait toutes les propriétés de l'acide carbonique.

Cette portion de cendres ne contenant point d'autres acides, elles étaient donc composées :

- 1° Par du carbonate de chaux;
- 2° Par de la magnésie caustique ou carbonatée;
- 3° Par du peroxyde de fer;
- 4° Par de la silice.

De même que le polygonum renferme un sel végétal à base de potasse, de même il renferme un sel végétal à base de chaux, car le carbonate de chaux ne peut provenir que de la décomposition d'un sel organique à base de chaux.

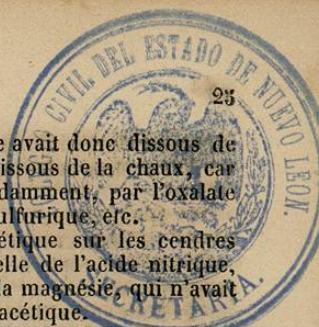
Ayant isolé ce sel de la feuille, nous avons pu en étudier les propriétés et constater que c'était de l'oxalate de chaux, d'où nous avons isolé l'échantillon d'acide oxalique que nous mettons sous les yeux de la société.

Le procédé que nous avons suivi pour isoler l'oxalate de chaux, et par suite l'acide oxalique, des feuilles du polygonum, consiste à épuiser les feuilles par l'eau, à les traiter ensuite à l'ébullition par de l'eau aiguisée d'acide sulfurique, qui dissout l'oxalate de chaux: cette liqueur acide saturée par l'ammoniaque laisse précipiter l'oxalate de chaux. Ce précipité blanc, grenu, décomposé par une solution concentrée et bouillante de carbonate de soude, saturée par l'acide acétique, puis précipitée par le sous-acétate de plomb, donne un précipité blanc, que l'on décompose par l'acide sulfhydrique, pour obtenir par l'évaporation de la liqueur des cristaux d'acide oxalique.

Dans la séparation méthodique que nous avons faite des diverses parties constituantes du polygonum, nous avons suivi un autre procédé pour obtenir l'acide oxalique; dans ce cas nous avons décomposé dans la feuille même l'oxalate de chaux par la soude, pour obtenir l'oxalate de soude.

Telle est la composition des cendres des feuilles du polygonum cultivé sous le climat de Paris, mais nous devons faire observer que cette composition peut facilement varier suivant le terrain où la plante a crû, car nous avons trouvé de l'alumine et du manganèse dans des cendres de feuilles de polygonum, que nous devons à l'obligeance de M. Batterseau-d'Anet, et qu'il avait fait cultiver sur son domaine, situé à Saint-Souplet (Seine-et-Marne).

Les expériences que nous venons de rapporter, et auxquelles nous avons soumis les feuilles du po-



lygonum tinctorium, nous portent à considérer ces feuilles comme composées :

- 1° D'indigotine ;
- 2° De résine rouge ;
- 3° De chlorophylle verte, devenant chlorophylle jaune par son contact avec l'éther ;
- 4° D'un acide libre ;
- 5° De la matière verte de Chevreul ;
- 6° D'alumine ;
- 7° De gomme ;
- 8° De pectine combinée à la potasse ;
- 9° D'oxalate de chaux ;
- 10° De sulfate de potasse ;
- 11° De chlorure de potassium ;
- 12° De magnésie ;
- 13° D'oxyde de fer ;
- 14° De silice ;
- 15° De ligneux ;
- 16° D'un principe odorant.

Pour déterminer exactement la proportion d'indigotine que contiennent les feuilles du polygonum, nous avons suivi le procédé décrit au commencement de ce travail, car nous savions que l'éther dépouillait complètement les feuilles de leur indigotine.

La moyenne de deux analyses ne nous a donné que 1/400 d'indigotine chimiquement pure.

Tel est le résultat que nous avons obtenu avec des feuilles provenant de plantes cultivées sous le climat de Paris.

Nous aurions désiré pouvoir analyser comparativement les feuilles de plantes venues dans des localités variées. Mais d'un côté les plantations de polygonum étaient rares cette année ; de l'autre la saison trop avancée, à l'époque où, comme nous le dirons plus tard, nous avons pu supposer qu'il existait des différences dans la proportion d'indigotine que contiennent les feuilles de polygonum, nous a empêché de donner suite à nos recherches.

DEUXIÈME PARTIE.

L'étude chimique du polygonum tinctorium n'offrant de l'intérêt que par rapport à la matière colorante qu'il renferme, l'on conçoit que tout ce qui a trait à ce produit principal doit être plus approfondi que le reste ; cela est d'autant plus nécessaire que l'indigotine est un des principes organiques qui offrent le plus de singularités, le plus de propriétés remarquables. C'est lui qui nous a fourni le premier exemple d'une substance teignante, pouvant passer alternativement de l'état incolore à l'état de matière colorante, et réciproquement. Ce fait curieux, et dont l'explication laisse encore à désirer, a naturellement conduit à se demander si cette matière colorante existait dans le végétal, sous le même état, dans toutes les phases de la végétation, ou si elle avait besoin du concours des influences extérieures pour se constituer indigo bleu.

Jusqu'à présent tout semblait militer en faveur de cette dernière opinion ; s'il n'en était ainsi, l'on ne concevrait pas, en effet, pourquoi les macérations

aqueuses n'abandonnent l'indigo que par leur contact avec l'air ; et c'est bien sous l'influence de l'oxygène atmosphérique que l'on voit naître pour ainsi dire la matière colorante, puisque les battages sont toujours prolongés en raison de la masse de la liqueur.

Cependant des expériences récentes dont le polygonum a été l'objet, sont venues non pas jeter du doute sur ces résultats, car ils sont positifs, mais faire apercevoir qu'on n'en avait pas saisi la véritable explication. Nous allons essayer de mettre en harmonie toutes les données acquises, espérant pouvoir les réunir sous un même point de vue théorique, et donner ainsi une solution de ce problème curieux.

Il résulte de nos expériences :

1° Que l'indigotine existe dans les feuilles à l'état de combinaison avec une résine.

2° Que cette combinaison naturelle d'indigo et de résine contient de l'indigo blanc et de l'indigo bleu, dans les feuilles vertes du polygonum, et d'autant plus d'indigotine bleue, qu'elles sont plus avancées en âge.

3° Que sous l'influence des matières organiques, l'indigo bleu est ramené à l'état incolore dans les solutions aqueuses, sans que la combinaison naturelle soit détruite.

Ce qui prouve bien évidemment la préexistence d'une combinaison d'indigotine et de résine dans la feuille du polygonum, c'est qu'on peut l'isoler des feuilles fraîches à l'aide de l'éther, et grâce à l'obligeance de M. Turpin, nous pouvons en offrir l'exacte configuration.

Si on fait passer de l'éther pur sur des feuilles fraîches de polygonum, l'on obtient une liqueur d'un bleu tendre, qui, versée dans une capsule évaporée, laisse par une évaporation spontanée la combinaison naturelle sous la forme d'un résidu jaunâtre, soluble dans l'éther, qui offre les propriétés de la liqueur éthérée primitive.

Si, au lieu de traiter les feuilles par de l'éther directement, on les traite par l'eau, puis qu'on agite la liqueur aqueuse avec de l'éther, on obtient une solution éthérée qui offre les mêmes propriétés que la première teinture faite avec les feuilles. Par l'évaporation spontanée, ce lavage éthéré laisse la combinaison naturelle pure ; car ici elle ne peut point contenir de traces de chlorophylle, comme celle que l'éther enlève directement aux feuilles ; aussi, sur le champ du microscope, présente-t-elle avec la plus grande netteté des formes régulières.

Du moment que nous savons que le premier lessivage par de l'éther enlève notre combinaison naturelle, nous savons aussi qu'elle est formée d'indigotine et de résine rouge, car nous avons déjà étudié cette teinture éthérée, et nous avons montré sa composition ; son étude va jeter un nouveau jour sur la question qui nous occupe.

La teinture éthérée des feuilles vertes du polygonum est d'un bleu tendre ; elle se décolore au bout de quelques heures, l'air ou l'oxygène seul ne lui fait éprouver aucune altération ; l'acide carbonique et les acides organiques n'exercent sur elle aucune action ; mais vient-on à la soumettre à la réaction d'acides minéraux ou de bases minérales, d'autres

phénomènes curieux se présentent aussitôt : ainsi par l'acide nitrique la coloration bleue devient à l'instant plus intense. L'acide n'agit point ici pourtant en oxygénant l'indigo, mais bien en détruisant la combinaison naturelle ; car les autres acides, tels que l'acide sulfurique, l'acide hydrochlorique, mis en contact avec la liqueur éthérée, la décomposent en précipitant l'indigotine bleue ; toutefois ces acides concentrés réagissent sur l'indigotine ainsi divisée, et au bleu succède le vert, qui vire au rouge. L'action des alcalis est la même que celle des acides sur la teinture éthérée ; ainsi, la teinture éthérée, mise en contact avec la potasse à l'alcool, prend à l'instant une teinte bleue tellement foncée, que la liqueur paraît opaque ; les autres alcalis puissants, tels que la soude, l'ammoniaque, se comportent de la même manière que la potasse ; les autres alcalis plus faibles, tels que les carbonates alcalins, la chaux, la magnésie, agissent sur la teinture éthérée comme les bases puissantes ; seulement l'action diminue d'intensité en raison du peu d'énergie de l'alcali.

L'infusion aqueuse des feuilles fraîches du polygonum possède les mêmes propriétés que la teinture éthérée ; seulement, ici, les réactions ne sont point aussi nettes, c'est-à-dire que lorsqu'on décompose au contact de l'air, par un acide ou un alcali, une infusion aqueuse, l'on obtient bien d'un côté un précipité qui contient l'indigotine, et de l'autre une liqueur contenant la résine rouge ; mais ici les matières organiques dissoutes par l'eau ou se précipitent avec l'indigotine, ou restent mélangées à la résine dans la liqueur. L'isolement de la combinaison naturelle, en agitant la liqueur aqueuse avec de l'éther, ne nous laisse aucun doute sur son existence dans les liqueurs aqueuses.

État de l'indigo dans la combinaison naturelle.

Un simple lavage à l'éther suffit, disons-nous, pour enlever la combinaison naturelle à la plante ; ce lessivage, fait à l'abri du contact de l'air, donne une liqueur colorée en bleu, et d'autant plus, que la feuille est plus avancée en âge (1).

Les teintures éthérées décomposées par les alcalis ou les acides à l'abri du contact de l'air précipitent de l'indigo, mais en raison de leur coloration ; de telle sorte qu'une liqueur faite avec de très-jeunes feuilles, et à peine colorée, précipite à peine, tandis qu'une teinture faite avec des feuilles très-avancées en âge précipite beaucoup plus ; nous verrons encore plus tard qu'une teinture éthérée préparée avec des feuilles étiolées est entièrement incolore, et ne donne pas de bleu par les réactifs à l'abri du contact de l'air.

L'indigotine a donc besoin pour se précipiter d'être ou de passer à l'état bleu ; et puisque toutes

(1) Il n'est personne qui n'ait vu croître du polygonum sans être frappé de la couleur foncée de ses feuilles, à mesure de leur développement ; cette couleur témoigne déjà la présence de la matière colorante.

ces liqueurs que nous venons de voir donner des précipités différents précipitent au contact de l'air avec la même intensité. L'indigotine y est sous deux états, et la nature des précipités nous dit qu'elles contiennent de l'indigotine bleue en raison du développement des feuilles qui les ont fournies ; de telle sorte que les feuilles arrivées à leur maturité contiennent l'indigotine presque entièrement à l'état bleu.

C'est ainsi que M. Robiquet, après avoir lessivé de belles feuilles de polygonum, fut porté à admettre que l'indigo y existait à l'état bleu ; car qui pourrait penser que ce principe entraîné en dissolution dans l'éther pût absorber l'oxygène instantanément, au milieu d'un véhicule aussi désoxygénant ? Cette expérience semble ne laisser aucun doute dans l'esprit ; cependant s'il est vrai que l'indigo soit à l'état bleu dans le polygonum, comment expliquer qu'on puisse également enlever tout l'indigo des feuilles fraîches, par une simple macération aqueuse, macération qui, faite en vase clos, avec une eau non aérée, n'est colorée qu'en jaune foncé, ne se colore et ne précipite nullement par les réactifs chimiques sans le concours de l'air ? Comment enfin concevoir la nécessité d'un battage soutenu, pour voir l'indigo prendre nature et se séparer de la solution ? Ces deux observations semblent bien contradictoires et devoir conduire à des conclusions diamétralement opposées ; mais remarquons bien que ce n'est pas de l'indigotine libre que nous dissolvons, mais bien la combinaison naturelle d'indigotine et de résine ; cette combinaison, selon nous, se dissout dans l'eau en subissant une désoxygénation, sous l'influence des matières organiques qui existent dans le polygonum ; cette combinaison naturelle, devenant en quelque sorte plus intime par suite de cette désoxygénation, exige, pour opérer la disjonction de ses éléments, le concours d'agents énergiques, et particulièrement des acides ou des alcalis. Encore faut-il, comme nous l'avons vu, que l'action de l'air vienne en aide à cette force divellente pour déterminer l'entier isolement de la matière colorante, et cette précipitation, pour être complète, exige beaucoup de temps ; avec l'éther, au contraire, elle est instantanée, parce que là, non-seulement la matière colorante n'a rien à puiser dans l'atmosphère, mais encore parce qu'elle n'entraîne en solution avec elle que la résine rouge, tandis qu'elle est accompagnée dans les macérations aqueuses de beaucoup d'autres substances : ce sont ces principes organiques qui nuisent plus tard à la qualité commerciale de l'indigo.

Les principes organiques qui existent dans les solutions aqueuses du polygonum ne jouent-ils pas ici le rôle que l'on observe dans la désoxygénation de l'indigotine sous l'influence des matières organiques ? Quelques exemples bien connus pourront venir à l'appui de notre assertion : c'est ainsi que dans les cuves au pastel, de la garance, du son, de la paille ou de la gaude, etc., viennent remplacer le protosulfate de fer, et rendre l'indigo soluble dans les alcalis. Une semblable désoxygénation s'effectue tous les jours dans les campagnes du centre de la France ; là, les paysans font eux-mêmes leurs teintures bleues, en mettant de l'indigo en poudre dans

l'eau alcaline des vieilles lessives; ils entendent ces cuves dans leurs fumiers; ici les matières organiques contenues dans la lessive, aidées par la température du fumier, ramènent sous l'influence alcaline l'indigo à l'état blanc et par contre soluble, c'est-à-dire qu'on obtient ainsi des cuves teignantes; et pourtant, il faut le dire, l'indigo se trouve dans des circonstances bien plus défavorables que dans la plante, où il existe dans un état de division extrême et pouvant alors subir facilement des modifications.

D'ailleurs ce n'est point de l'indigotine que l'eau dissout, mais bien la combinaison naturelle dont nous avons fait mention. Il paraît même que cette combinaison d'indigotine et de résine est primitivement incolore, car M. Vilmorin, fils, nous a communiqué un fait fort curieux, auquel nous avons donné quelque extension, et qui en offre une preuve assez nette; cet habile observateur a fait croître du polygonum dans un lieu obscur; les feuilles incolores séparées de la tige et exposées à la lumière bleuissant par la dessiccation, M. Vilmorin en avait inféré que l'indigo existait dans les feuilles étiolées, mais qu'il y était à l'état blanc. Nous avons répété cette jolie expérience, et de plus nous avons traité les feuilles étiolées par de l'éther: la liqueur était incolore à l'abri du contact de l'air, il ne se montrait aucune coloration, même sous l'influence des agents chimiques capables d'en isoler l'indigo; mais si on faisait intervenir l'action de l'air, les mêmes agents rendaient manifeste la présence de l'indigotine par le développement de la couleur bleue dans la solution éthérée. Cette observation nous a paru d'autant plus intéressante qu'elle fournit une preuve bien évidente selon nous de la préexistence de cette combinaison d'indigo incolore et de résine; ainsi là, comme dans la macération aqueuse, l'on ne sépare l'indigo qu'en ayant recours à l'action puissante des réactifs aidés du concours de l'air.

Action des gaz sur les dissolutions éthérées et aqueuses des feuilles fraîches du polygonum.

Nous avons vu que si nous introduisons la teinture éthérée des feuilles du polygonum sous le mercure, à l'abri de tout gaz, une solution de potasse bouillie et refroidie en vase clos la colore d'autant plus que les feuilles qui avaient servi à la préparer étaient plus avancées en âge.

Cette réaction est absolument la même, soit que l'on opère à l'abri de tout gaz, soit que l'on opère en contact du gaz azote pur, ou du gaz carbonique. Mais si au lieu d'opérer comme nous venons de le dire, l'on substitue l'oxygène à ces gaz, dès lors la réaction est instantanée, et de plus absolument la même, soit que l'on opère sur de jeunes feuilles, sur des feuilles en maturité ou même sur des feuilles étiolées. Les solutions aqueuses préparées en vase clos ne parlent point sous l'influence des acides ou des alcalis, en présence du gaz azote, du gaz acide carbonique; mais au contact de l'oxygène, ces solutions aqueuses sont immédiatement décomposées; le bleu s'y manifeste avec une telle intensité, qu'elles paraissent noires, et la précipitation s'ef-

fectue bientôt après. Les réactions que nous venons de rapporter sont tellement tranchées, qu'il ne nous paraît plus possible d'élever de doute sur l'influence de l'oxygène seul dans la préparation de l'indigo.

Manière d'être de l'indigo dans les feuilles sèches et dans la pulpe des feuilles fraîches.

Une chose qui a tout lieu de surprendre, et qui semble particulière au polygonum, c'est que la dessiccation suffit pour que la matière colorante se trouve tellement masquée, que les procédés d'extraction que l'on emploie avec succès pour les autres indigofères deviennent insuffisants pour cette plante; ainsi l'eau, l'alcool, l'éther lui-même n'en éliminent aucune portion d'indigotine; quelle que soit la température à laquelle on emploie ces divers véhicules, la fermentation demeure aussi sans effet; il y a plus, c'est qu'on peut avoir recours aux agents les plus énergiques, sans que la matière colorante se démasque davantage: ainsi l'acide sulfurique, qui possède une si grande affinité pour l'indigo, n'en enlève aucune portion aux feuilles du polygonum séchées, pulvérisées et épuisées de toute matière soluble par des décoctions aqueuses et alcalines; cependant la matière colorante qu'on serait tenté de croire détruite y subsiste toujours, même après la réaction puissante de l'acide sulfurique. On peut s'en assurer par la cuve, c'est-à-dire en faisant macérer cette poudre ainsi épuisée par ces divers traitements, en la faisant macérer, disons-nous, avec un mélange de sulfate de fer et de chaux délayée dans une quantité convenable d'eau, à une température de 50 à 40°; après un temps convenable de macération, l'on voit la surface se couvrir d'une fleurée bleue, et si on agite, la mousse qui se forme devient d'un beau bleu. Le liquide étant filtré et saturé par l'acide carbonique, on en sépare de l'indigo mélangé de sous-carbonate de chaux qu'on peut enlever par l'acide hydrochlorique dilué.

Ces résultats prouvent d'une manière bien nette, non-seulement que la matière colorante a contracté une combinaison tellement intime, par le simple fait de la dessiccation de la feuille, qu'elle oppose aux divers agents une résistance presque invincible; mais en outre, ils viennent nous offrir une nouvelle preuve de la préexistence de la matière colorante à l'état d'indigo bleu, puisque le seul moyen de la rendre accessible aux dissolvants, est d'employer des corps désoxygénants. Mais d'où vient donc que les réactifs qui opèrent la soustraction de la matière colorante avec tant de promptitude lorsque la feuille est fraîche, n'en enlèvent pas la plus petite parcelle quand elle est desséchée? On ne peut s'empêcher de reconnaître qu'ici, comme dans le cas où l'on opère la contusion de la plante, tout se confond, et que le principe colorant, se trouvant en contact avec la fibre ligneuse de la plante, s'y combine et la teint de la même manière que quand on plonge un tissu dans la cuve. On se rappelle que dans l'expérience rapportée par M. Robiquet (1), ce chimiste a démontré que

(1) Comptes rendus de l'Institut.

le suc de la plante fraîche, exprimé et filtré, ne contient pas sensiblement de matière colorante; mais que si l'on traite la fécule verte qui se dépose sur le filtre, par de l'alcool qui dissout la chlorophylle, on obtient un résidu bleu qui offre tout autant de résistance à céder l'indigotine, que le ferait un morceau d'étoffe teint en bleu au moyen de l'indigo. C'est donc une véritable teinture qui s'est opérée là, comme dans la dessiccation. Dans l'un et l'autre cas il y a eu rapprochement, mise en contact et combinaison de la matière colorante avec la fibre ligneuse; et nous concevons que la combinaison naturelle d'indigotine et de résine, maintenue, pendant l'acte de la végétation, dans des vésicules propres, et hors du contact du tissu cellulaire, s'en rapproche peu à peu par la dessiccation, et finit par s'y déposer.

Cette affinité du ligneux pour les matières colorantes est si grande, que les teinturiers savent parfaitement que si une étoffe teinte en garance, par exemple, est abandonnée et refroidie dans le bain sur son marc, celui-ci reprend de la matière colorante au tissu, et que la teinture se dégrade.

Conclusions.

D'après tout ce que nous venons de rapporter, nous nous croyons suffisamment autorisé à admettre:

- 1° Que l'indigotine existe toute formée dans la feuille du polygonum, non libre, mais combinée à la résine rouge;
- 2° Que cette combinaison normale est détruite par les bases minérales et par les acides minéraux, tandis que les acides organiques ne l'attaquent point;
- 3° Qu'à la naissance de la feuille, l'indigotine y existe à l'état blanc, mais qu'elle passe à l'état bleu sous l'influence de l'air et de la lumière;
- 4° Que les feuilles vertes contiennent de l'indigotine incolore et de l'indigotine bleue; et d'autant plus d'indigotine bleue, qu'elles sont plus avancées en âge;
- 5° Que l'éther dissout la combinaison normale sans la modifier dans sa composition; d'où il résulte que les teintures éthérées des feuilles vertes précipitent toujours, même à l'abri du contact de l'air, de l'indigotine bleue; mais la quantité de matière colorante est proportionnelle à l'âge de la feuille;
- 6° Que ces teintures contiennent de l'indigotine incolore, puisque au contact de l'air elles précipitent toutes en bleu avec la même intensité;
- 7° Que lorsqu'on substitue l'eau à l'éther, pour opérer la dissolution de la combinaison normale sous l'influence des matières organiques, l'indigotine est ramenée à l'état blanc sans que la combinaison normale soit détruite: aussi les solutions aqueuses ne donnent-elles point de précipités bleus à l'abri du contact de l'air;
- 8° Que l'oxygène seul agit dans la coloration, et par suite dans la précipitation de l'indigotine bleue, car les solutions en contact du gaz azote, ou du gaz carbonique, se comportent comme à l'abri de tout gaz (1);

(1) M. Colin vient de publier que l'acide carbonique

9° Que l'indigo est entièrement à l'état bleu dans la feuille sèche, non libre, mais combiné à la fibre ligneuse;

10° Que dans la pulpe des feuilles fraîches, l'indigo y est entièrement à l'état bleu; que là aussi, de même que dans les feuilles sèches, l'indigotine a teint;

11° Que l'indigo n'existe pas dans le polygonum sous le même état que dans les autres plantes indigofères, puisque celles-ci, desséchées, cèdent à l'eau, avec la plus grande facilité, leur indigo.

TROISIÈME PARTIE.

Extraction de l'indigo des feuilles du polygonum tinctorium.

Extraire de l'indigo des feuilles du polygonum tinctorium est une question résolue depuis longtemps, puisque Loureiro nous a appris qu'en Chine elles servaient à cet usage depuis un temps immémorial. Aussitôt son apparition dans ces contrées, beaucoup de personnes s'occupèrent de cette opération; l'indigo obtenu dans les premiers essais, d'une qualité très-inférieure, est devenu de plus en plus beau, après plusieurs années d'expérience. Peut-on aisément arriver à mieux encore et obtenir un bel indigo commercial? Telle est la question que nous nous sommes proposé de résoudre à l'aide de l'analyse de la feuille et des connaissances pratiques que nous avons puisées dans son étude chimique.

Nous allons résumer en peu de mots (ainsi que l'a fait M. Colin dans sa notice sur le polygonum tinctorium) les divers procédés suivis jusqu'à ce jour; nous tâcherons d'indiquer ce qu'ils laissent à désirer, et nous exposerons ensuite le procédé que nous avons suivi et à l'aide duquel nous avons obtenu l'indigo que nous vous présentons.

Nous pouvons réduire à trois les procédés suivis.

1° Le procédé des colonies, qui a été décrit avec soin par M. Bérard; ici les feuilles sont immergées dans l'eau à la température ordinaire, et l'on attend pour décanter le liquide que la masse ait éprouvé un commencement de fermentation; alors une fleurée bleue apparaît et des bulles de gaz viennent crever à la surface. Le battage et l'addition d'eau de chaux précipitent l'indigo contenu dans la liqueur.

2° Le procédé de M. Beaudrimont, qui consiste à verser de l'eau bouillante sur les feuilles du polygonum, et, après vingt-quatre heures d'infusion, à précipiter l'indigo par l'acide sulfurique.

3° Le procédé de M. Vilmorin fils. Ce chimiste a proposé de traiter le polygonum par la cuve, c'est-à-dire par le sulfate de fer et la chaux, les feuilles sèches épuisées par l'eau et pulvérisées, le battage précipite aisément ensuite l'indigo de la liqueur alcaline. L'indigo obtenu par le procédé de M. Vil-

réagissait sur les infusions aqueuses de polygonum; mais la réaction n'a commencé à se manifester dans son expérience unique qu'après plus d'un mois de contact.

morin est d'une beauté remarquable et supérieur à tous les indigos du commerce, mais il est long et dispendieux; nous ne pensons donc pas qu'il puisse être exécuté en grand avec avantage.

Les indigos fournis par les deux premiers procédés pèchent par leur dureté excessive, propriété qu'ils doivent à de la pectine, qu'ils renferment en proportion d'autant plus grande, qu'on a eu recours à une température plus élevée, et que les macérations ont été plus prolongées.

L'on conçoit, en effet, pourquoi la chaux agit dans le procédé des colonies; elle se combine à la pectine; le pectate de chaux formé entraîne, en se précipitant, l'indigotine, isolée de sa combinaison naturelle par l'action de l'air et de la chaux que l'on emploie en excès.

L'acide sulfurique exerce une action semblable sur les liqueurs aqueuses; l'indigotine, à l'état naissant, se réunit à la pectine que l'acide précipite; ce précipité gélatineux peut être considéré comme de la pectine teinte en bleu par de l'indigo.

Le procédé de la fermentation offre encore d'autres inconvénients; ainsi l'on sait parfaitement que, dans l'Inde, les ouvriers les plus expérimentés ne savent jamais bien le point auquel il faut arrêter la réaction pour obtenir la totalité de l'indigo. Sous leur ciel toujours pur, ils ont cependant une température élevée et constante; chez nous, au contraire, les variations du temps sont si fréquentes et si subites, qu'il serait difficile d'avoir, à l'époque du traitement des feuilles, cette régularité si favorable à la fermentation, et dès lors les macérations trop longtemps prolongées ne donneraient que de mauvais produits.

L'emploi de l'eau bouillante nous offre, dans le procédé de M. Beaudrimont, une perte notable dans le rendement en indigo, ainsi que nous allons le voir en examinant l'influence de la température et de la durée des traitements.

Si l'on fait macérer des feuilles de polygonum dans de l'eau, graduellement, depuis la température ordinaire jusqu'à 60° centigrades, et qu'on pousse ensuite jusqu'à 100°, l'on obtient au bout de deux heures une liqueur qui contient tout l'indigo, et les feuilles isolées de la liqueur sont entièrement décolorées.

Le résultat est tout différent lorsqu'on immerge des feuilles dans de l'eau à 80°, 90° ou 100°; si la quantité d'eau est assez forte pour ne pas éprouver une grande variation de température de la part des feuilles, le liquide ne dissout point de traces d'indigo; il reste dans la feuille, car celles-ci, desséchées après un tel traitement, sont d'un bleu noir et cèdent leur indigo lorsqu'on les traite par le procédé de M. Vilmorin. Mais si la masse de feuilles est assez considérable pour abaisser la température de l'eau, la liqueur contient après le traitement plus ou moins de matière colorante, et les feuilles séchées offrent un mélange de feuilles bleues et de feuilles jaunâtres. L'on ne peut donc soumettre les feuilles à une température supérieure à 70°; et si de prime abord l'on a recours à une élévation plus considérable, ce sera toujours aux dépens d'une quantité de matière colorante qui reste fixée dans la feuille, quantité qui est en rap-

port avec la masse de liquide qui pénètre la feuille, avant d'avoir acquis un degré de chaleur inférieur à 70°; mais si, ainsi que nous l'avons dit, nous élevons graduellement la température, nous pouvons impunément chauffer jusqu'à 100°; et alors la totalité de la matière colorante se dissout, et une fois dissoute, on peut la précipiter par les moyens indiqués.

Quoique l'indigotine, une fois dissoute, reste dans la solution, il importe néanmoins de ne pas élever la température au-dessus de 80° centigrades, et de ne pas prolonger les macérations au delà de deux heures, car alors l'action dissolvante s'exerce sur les autres principes solubles de la plante, de telle sorte que les liqueurs plus chargées précipitent plus difficilement et un indigo moins beau.

Après avoir fait connaître les inconvénients des procédés mis en usage jusqu'à ce jour, nous allons exposer la marche que nous avons suivie.

Extraction.

Voici le procédé que nous avons employé pour exécuter de la manière la plus favorable l'extraction de l'indigo :

Dans une chaudière à double fond, nous mettons 50 livres d'eau filtrée, et nous élevons la température à 60°; nous y jetons alors 5 kilogrammes de feuilles fraîches de polygonum, que nous maintenons sous le liquide par une claie d'osier; nous couvrons la chaudière et nous continuons à chauffer jusqu'à 80°; nous retirons alors le feu pour que la température ne s'élève pas davantage, et au bout de deux heures, en comptant du moment où nous avons mis les feuilles dans la chaudière, nous décantons notre liqueur, qui est d'un jaune verdâtre et qui se colore en un bleu magnifique au contact de l'air: nous mettons alors dans la liqueur qui vient de s'écouler 4 grammes d'hydrate de chaux en poudre par livre de feuilles employées, et nous agitions la liqueur. En agissant sur dix kilogrammes de feuilles, la précipitation est complète au bout de quelques heures d'agitation; on laisse déposer, puis l'on décante la liqueur rougeâtre qui surnage le précipité. Celui-ci n'est point composé d'indigotine pure. Il contient aussi du pectate de chaux, de la résine rouge, des quantités plus ou moins grandes des autres principes du polygonum; mais il contient peu de pectate de chaux, car le traitement aqueux, assez prolongé pour dissoudre la totalité de la matière colorante, ne l'a point été assez pour dissoudre beaucoup de pectine. Cet indigo en pâte est lavé avec de l'eau aiguisée d'acide hydrochlorique qui dissout la chaux; on enlève l'excès d'acide par deux lavages à l'eau, et l'on obtient, par une dessiccation prompte et facile, l'indigo que nous mettons sous les yeux de la société: nous disons par une dessiccation prompte et facile, parce que les indigos précipités soit par l'eau de chaux, soit par l'acide sulfurique, lorsque les traitements aqueux ont été longtemps prolongés, contiennent, ainsi que nous l'avons dit, une forte proportion de pectine, retiennent l'eau avec opiniâtreté, et sont par conséquent d'une difficile dessiccation.

Dans une opération bien conduite, en soutirant la liqueur à l'aide d'un robinet placé à la partie inférieure, puis comprimant légèrement les feuilles, en pressant sur la claie qui les maintenait sous l'eau, le départ de l'indigo est complet du premier coup, les feuilles ne cèdent plus rien à l'eau que l'on y verse de nouveau. Si on les dessèche alors, elles demeurent d'un blanc jaunâtre comme celles que nous mettons sous les yeux de la société. Nous considérons ce caractère comme le plus sensible de tous ceux que l'on pourrait employer pour constater la présence de l'indigotine dans les feuilles sèches, car elles bleuissent toujours par la dessiccation, d'autant plus que le départ de la matière colorante a été moins complet.

Le peu de feuilles de polygonum que nous avons eu cette année à notre disposition ne nous a jamais permis d'agir sur plus de 10 kilogrammes à la fois; nous pensons cependant que l'on pourra opérer sur une grande échelle en jetant les feuilles dans de grandes cuves contenant de l'eau chauffée à 60°, et en élevant la température jusqu'à 80° au moyen d'un courant d'eau fourni par un générateur de vapeurs. Les cuves couvertes en bois, comme les cuves à fermentation pour la décomposition des melasses, rempliront toutes les conditions; le liquide soutiré s'écoulera dans un réservoir évasé, où il sera décomposé par l'eau de chaux et le battage. Lorsque la liqueur ne contiendra plus d'indigo en dissolution, ce qu'il est facile de reconnaître à la couleur blanche que prennent les écumes et à la teinte rougeâtre de la liqueur, on fait écouler la matière dans un troisième réservoir plus profond que large, et c'est là que l'indigo se dépose; nous sommes convaincu qu'en opérant en grand, dans un travail régulier où la besogne serait bien distribuée, l'on pourrait, sans avoir un matériel trop considérable, l'on pourrait, disons-nous, faire une opération chaque trois heures, car les précipitations sont excessivement promptes.

Rendement de la feuille en indigo.

Nous avons étudié avec le plus grand soin cette partie de notre travail, car c'était d'elle que devait découler la solution du problème industriel.

Dès que nous avons été bien fixé sur la meilleure marche à suivre, nous avons fait une série d'opérations sur des feuilles de polygonum cueillies dans diverses localités des environs de Paris, et à diverses époques. Nous avons vu varier le rapport de l'indigo à la feuille suivant les localités et suivant l'âge de la feuille.

Le polygonum qui servait à nos expériences, cultivé dans un des jardins de Paris, nous donnait avant la floraison le rapport de 100 : 0,52 d'indigo. — Pendant la floraison, la moyenne de nos expériences nous a donné le rapport de 100 : 0,28, et ce rapport a été ensuite toujours en décroissant.

M. Vilmorin ayant mis à notre disposition le polygonum qu'il avait fait cultiver à Verrières (Seine-et-Oise), nous l'avons exploité en deux fois; la première partie a été cueilli le 25 août à midi, par un temps très-sec, et pesait 5 kilog. : l'indigo que

nous en avons extrait nous a donné le rapport de 100 : 0,54. — Le deuxième envoi nous a été fait le 9 septembre; les feuilles, pesant 5 livres, nous ont donné un produit dans le rapport de 100 : 0,57 : à cette époque le polygonum commençait seulement à fleurir.

Nous sommes allé visiter une petite plantation de polygonum que M. Battreau-d'Anet avait faite en plein champ sur son beau domaine situé à St-Souplet (Seine-et-Marne). Les pluies ayant été rares cette année, la plantation avait souffert de la sécheresse et les plantes étaient loin d'avoir acquis tout leur développement; nous en avons rapporté 16 livres de feuilles qui nous ont donné le rapport en indigo de 100 : 0,45.

Nous avons eu aussi l'occasion de faire un essai sur du polygonum cultivé dans le midi de la France (département de Tarn-et-Garonne), et quoique la plante en fleurs depuis plus d'un mois commençât alors à grainer, néanmoins une expérience faite sur 5 kilog. de feuilles nous a donné le rapport de 100 : 0,25 de la feuille à l'indigo.

Les divers échantillons d'indigos provenant de nos opérations ne laissaient à l'incinération que de 15 à 16 pour cent de cendres; les produits provenant des feuilles les plus jeunes n'en renfermaient que 10 pour cent. L'échantillon d'indigo que nous mettons sous les yeux de la société a été fait par la réunion de ces divers produits. L'ensemble de ces résultats nous autorise à admettre que l'on peut retirer du polygonum tinctorium par le procédé que nous venons de décrire 1/250 à 1/500 au moins d'un bel indigo commercial.

Deuxième cueille.

L'on sait qu'une première cueille de feuilles peut, au bout de trois semaines ou un mois, être suivie d'une deuxième cueille qui est aussi belle en apparence que la première; même, si les gelées ne surviennent, cette deuxième cueille est suivie d'une troisième. — Non-seulement nous verrons plus tard qu'il n'y a pas avantage, sous le rapport de la quantité, à se hâter de faire une première cueille pour la voir bientôt suivie d'une seconde; mais encore nous devons dire dès à présent que les feuilles de deuxième cueille sont beaucoup moins riches en matière colorante que les premières: ainsi des expériences comparatives, faites sur des feuilles de première cueille et de deuxième cueille prises sur le même terrain et à la même heure, ont donné le rapport :

Pour les feuilles de première cueille, de 100 : 0,52
Pour les feuilles de deuxième cueille, de 100 : 0,15

L'on conçoit donc l'avantage que l'on aura à opérer sur des feuilles parvenues à leur plus grand état de développement.

Admettons maintenant, ce qui sera prouvé bientôt par les expériences de M. Vilmorin, qu'un hectare de terrain rende, dans les départements du nord de la France, terme moyen, 8,000 kilogrammes de feuilles de polygonum tinctorium; chaque hectare