

# Zeitschrift für angewandte Chemie

und

## Zentralblatt für technische Chemie.

XXIII. Jahrgang.

Heft 46.

18. November 1910.

### Ein neuer Apparat zur Bestimmung des Gesamtgehaltes in Seifen.

Von Dr. A. RÖHRIG.

(Mitteilung aus der Chem. Untersuchungsanstalt der  
Stadt Leipzig)

(Eingeg. 20./10. 1910.)

Durch die umfassende Arbeit von Fendler<sup>1)</sup> und Frank über: „Die Bestimmung des Fettsäuregehaltes von Seifen“, ist das Interesse für die Verfahren zur Bestimmung des Fettsäuregehaltes von Seifen auch in weiteren Kreisen wieder wachgerufen worden. Die häufigen Differenzen bei Bestimmung der Ausbeute mittels Wägung durch den Siedemeister gegenüber der Bestimmung der Fettsäuren von Seifen durch den wissenschaftlichen Chemiker waren Anlaß vielfacher Verstimmungen. Sie legten den auch schon früher dringlich empfundenen Wunsch nach Festlegung allgemein anerkannter Methoden zur Bewertung der Seifen in der Fabrik und im Handel nahe. Die dahin gerichteten Wünsche haben inzwischen in der Veröffentlichung der: „Einheitsmethoden zur Untersuchung von Fetten, Ölen, Seifen und Glycerinen“ herausgegeben vom Verbande der Seifenfabrikanten Deutschlands, Verlag von Julius Springer, Berlin 1910, ein gewisses Ziel gefunden. Die analytisch-technische Kommission des Verbandes der Seifenfabrikanten Deutschlands hat für die Praxis die verwertbaren Untersuchungsmethoden und Arbeitsgänge, wie sie selbst im Vorwort ausspricht, „sorgfältig“ ausgewählt und sie als „Konventionsmethoden“ für die Ermittlung der Einzelbestandteile von Fetten, Seifen und von Glycerin zur Nachachtung empfohlen. Sie knüpft daran die Erwartung, daß die Analytiker in Zukunft dieses „Reglement“ befolgen möchten, damit die in interessierten Kreisen in zunehmendem Maße empfundenen Übelstände, die dadurch entstehen, daß die in Frage kommenden Chemiker nicht nach gleichen analytischen Methoden arbeiten, behoben werden. Konventionsmethoden haben nun, da sie gewöhnlich vom Gros der Chemiker und besonders der Chemikanten blindlings befolgt werden, erfahrungsgemäß nur dann Sinn und wirkliche praktische Bedeutung, wenn sie auf experimentell gesicherter Grundlage stehen; sie wirken aber unheilvoll und in ihrer Verallgemeinerung verwirrend anstatt klärend, wenn die Akten der wissenschaftlichen Kritik über sie noch nicht geschlossen sind. Mögen die im Vorworte geäußerten Wünsche des Verbandes der Seifenfabrikanten Deutschlands in vielen der veröffentlichten „Konventionsmethoden“ in Erfüllung gehen, hinsichtlich des Kapitels „Bestimmung des Gesamtgehaltes“ wird der Erfolg sicherlich noch ausbleiben. Daß nach dem heutigen Stande der Wissenschaft diese Ansicht die zutreffende ist, geht auch aus dem Schlußergebnis der

Arbeit Fendlers hervor. In der Zusammenfassung der Untersuchungsergebnisse weist er mit aller Deutlichkeit darauf hin, daß für die Untersuchung der Cocos- und Palmkernfettseifen nur die Methode der Wägung der Alkalosalze in Frage kommen kann. Alle anderen Methoden — darunter auch die Konventionsmethode — liefern falsche Ergebnisse. Es soll damit keineswegs gesagt sein, daß die Konventionsmethode in der vorgeschlagenen Ausführung für andere als die bezeichneten Fettarten nicht doch zu verwertbaren Resultaten führen kann. Tatsache ist es, daß auch trotz der Konventionsmethode und der Vorschläge von Fendler und Frank (l. c.) eine nach den Erfordernissen der Praxis für alle Seifen verwertbare einheitliche Methode zur Bestimmung des „Gesamtgehaltes“ noch nicht besteht. Der Mangel an einer solchen praktischen, einfachen, auch von weniger geschulten Händen auszuführenden Methode muß um so schwerer empfunden werden, weil bei allen Kalkulationen über Wert und Ausbeute einer Seife resp. eines Fettes der „Fettgehalt“ zumal in Zeiten ständig steigender Preise für die Rohstoffe als unentbehrliche Grundlage dient. Trotz der Aufstellung einer Konventionsmethode für die Fettsäurebestimmung in Seifen dürfte es auch fernerhin nicht an Versuchen zur Besserung der bestehenden oder Auffindung anderer zuverlässiger Prüfungsmethoden fehlen.

Wer die einzelnen Phasen der Entwicklung der Seifenanalyse in den letzten 20 Jahren beobachtet hat, wird der Ansicht zustimmen, daß es weniger darauf ankommt, für die Bestimmung der Gesamt-fettsäuren in Seifen neue Grundsätze aufzustellen, als vielmehr im Interesse der Praxis liegt, bereits bekannte und leicht ausführbare Methoden zu verbessern. Auch die vorliegende Arbeit, deren eigentliche Bearbeitung viele Jahre zurückliegt, hat es sich zur Aufgabe gemacht, die wegen ihrer Handlichkeit bewährte Ausschüttungsmethode so weit zu verschärfen, daß sie, bei genauer Befolgung der Vorschriften, für alle Fälle die für die Bewertung einer Seife erforderliche Genauigkeit erreicht.

Es bedarf deshalb keines Hinweises auf all die vielen Versuche, wie sie von Sauppe<sup>2)</sup>, Späth<sup>3)</sup>, Hugenberg<sup>4)</sup>, Stiepl<sup>5)</sup>, Lüring<sup>6)</sup>-Goske<sup>7)</sup> und anderen für die rasche Ermittlung der Fettsäuren nach gravimetrischen oder volumetrischen Methoden in Vorschlag gebracht wurden. Sie alle sind bedingungsweise verwendbar und ihre Resultate in vielen Fällen nur mit Vorsicht aufzunehmen.

Als die grundlegendste Arbeit für die Entwicklung der Seifenanalyse darf die Veröffent-

<sup>2)</sup> Pharm. Zentralh. 31, 314 (1890).

<sup>3)</sup> Diese Z. 8, 5 (1896).

<sup>4)</sup> Z. off. Chem. 4, 163 (1898).

<sup>5)</sup> Seifenfabrikant 24, 370 (1904).

<sup>6)</sup> Seifenfabrikant 27, 53 (1907).

<sup>7)</sup> Z. Unters. Nahr.- u. Genußm. 13, 490 (1907).

<sup>1)</sup> Diese Z. 22, 252 (1909).

lichung von Hefelmann<sup>8)</sup> und Steiner angesehen werden, in der die Fehlerquellen der damals gebräuchlichsten Wachskuchen- und Ausschüttungsmethode mit wissenschaftlicher Sicherheit und Genauigkeit beleuchtet wurden. Auch in der so viele Jahre später erschienenen Arbeit von Fendler und Frank (l. c.) konnte nur an die Hefelmannschen Ergebnisse angeschlossen und diese nachgeprüft werden. Es muß nun auffällig erscheinen, daß in allen bisher über diesen Gegenstand erschienenen Arbeiten nur der eine, allerdings Kardinalfehler der Ausschüttungsmethode, der beim Trocknen der Fettsäuren eintretende Verlust, eingehendste Beachtung findet. Es dürfte jedoch auch anderen Analytikern nicht unbekannt geblieben sein, daß ferner in dem Übergang von Wassertropfchen in die zu trocknenden Fettsäuren ein weiterer nicht weniger zu beachtender Fehler vorliegt. Gerade die für die Konventionsmethoden so warm empfohlene Huggenberg'sche Bürette zeigt diesen Fehler in hervorragendem Maße; wird doch nach

der Vorschrift die Ätherfettlösung durch denselben Hahn abgelassen, durch welchen vorher eine wässrige Flüssigkeit floß. Man kann sich nun damit helfen, daß man von der in der Huggenberg'schen Bürette ausgeschiedenen, abgelesenen Ätherfettsäurelösung einen aliquoten Teil abpipettiert. Dies Verfahren führt aber bei der Flüchtigkeit des Lösungsmittels zu großen Unzuträglichkeiten. Es lag deshalb der Gedanke nahe, das Ablassen eines bestimmten Quatums der Ätherfettsäurelösung auf anderer Weise, und zwar durch Anbringung eines seitlichen Hahnes, zu ermöglichen. Diesem Gedanken folgend entstand nach

mehrfachem Wechsel der äußeren Form der aus beigefügter Zeichnung ersichtliche neue Seifenapparat, der, wie schon die Figur erkennen läßt, davon absicht, ein Universalapparat nach Art der Huggenberg'schen Bürette zu sein. Er dient zunächst ausschließlich für die Ermittlung des Gesamtgehaltes. Auf weitere Verwendungsmöglichkeiten sei an anderer Stelle hingewiesen. Die Einzelheiten des Apparates sind aus beistehender Figur ohne weiteres ersichtlich, dem Rundkolben ist der Stabilität wegen später die Erlenmeyerform gegeben und die Bürette in verschiedenen Formen, mit Einschnürungen, bauchigen Erweiterungen, je nach dem Zwecke des Apparates ausgeführt worden. War mit dieser veränderten Form das Abmessen bestimmter Mengen der Ätherfettlösung gesichert, so galt es noch, durch die Auswahl geeigneter Lösungsmittel jedweden Übergang von Wasser in die Ätherfettschicht zu verhindern und ein so rasches Abdunsten, Trocknen und Wägen zu ermöglichen, daß auch bei empfindlichen Fettsäuren die Verluste auf ein Minimum herabgesetzt wurden, und somit die Ergebnisse nach dieser raschen Methode für Fabrik und Handel verwertbar blieben.

Es dürfte bekannt sein, daß schon Hefel-



mann und Steiner an der Hand überzeugender Beweise auf die Verluste beim Trocknen der aus Cocos- und Palmkernöl gewonnenen Fettsäuren hinweisen konnten. Fendler und Frank erweiterten die Kenntnis des Verhaltens der Fettsäuren für andere in der Seifenfabrikation gebräuchliche Fette und kamen zu denselben Vorschlägen, die Cocos- und Palmkernfettsäuren nur in der Form ihrer Alkalosalze zu bestimmen. Beweisen beide Arbeiten übereinstimmend einen merklich eintretenden Verlust beim Trocknen der genannten Fettsäuren bei 100° resp. schon bei 55° und einer Trockendauer von einer halben Stunde beginnend, so schließen sie nicht die Möglichkeit aus, bei wesentlich schonenderer Behandlung doch noch zu brauchbaren Resultaten zu gelangen. Diese Möglichkeit konnte erst dann in Erfüllung gehen, wenn es gelang, ein geeignetes Lösungsmittel zu finden, das sich rasch und restlos verflüchtigt und jeden Übergang von Wasser in die Fettsäuren ausschließt. Dann konnte die Trockendauer, die ja nur die Verjagung der letzten Reste des Lösungsmittels bezeichnet, auf ein Minimum beschränkt werden.

In Anlehnung an die Versuche, die der Vf. gelegentlich der Erprobung eines zur Milchfettbestimmung nach Gottlieb Röse in Vorschlag gebrachten Apparates<sup>9)</sup> ausführte, wurde auch für die Fettsäurebestimmung der Seifen das Gemisch von gleichen Teilen Äther mit Petroläther vom Kp. 35° mit gutem Erfolge in Anwendung gebracht. So erreicht man ein rasches Abdunsten des Lösungsmittels und schließt jede Spur Wassergehalt aus. War man früher selbst darauf angewiesen, sich aus dem käuflichen Petroläther (Kp. 55—60°) den bei 35° siedenden Anteil selbst herzustellen, so ist solcher jetzt bei größeren Firmen wie C. A. F. Kahlbaum, Berlin, Merck, Darmstadt, C. Erdmann, Leipzig-Lindenau und anderen käuflich zu erhalten.

Die Methodik der Untersuchung eines Fettes oder einer Seife auf „Gesamtgehalt“ ist nun folgende: Von Seifen wähle man 1—2 g ab und bringe sie in den Apparat; praktischer und genauer dürfte es sein; 5 oder 10 g der Seife je nach ihrer Art in 100 oder 250 ccm Wasser zu lösen und davon je 50 ccm in Anwendung zu bringen. Fette müssen zunächst mit  $\frac{1}{2}$ -n. alkoholischer KOH verseift werden. Es empfiehlt sich, nicht mehr als etwa 0,5 g Fettsäure zur Wägung zu bringen. Die nun im Kolben befindliche Seifenlösung wird mit Schwefelsäure in geringem Überschuß versetzt, die ausgeschiedenen Fettsäuren durch Schütteln und Erwärmen an der Oberfläche gesammelt. Nach völligen Erkalten versetze man mit 25 ccm Äthergemisch, schüttle wieder, bis alle Fettsäuren in Lösung gegangen, dann fülle man mit Wasser bis zur 100 ccm-Marke, die auch etwas überschritten werden kann, auf, füge weiter 25 ccm Äthergemisch hinzu, setze den Stopfen sicher auf und schüttle nochmals kräftig um. Eine im Glashahnansatz befindliche Luftblase entferne man durch Neigen, den Stopfen lüfte man vorsichtig. Nach kurzer Zeit tritt völlige Trennung der Fettsäureätherschicht von der wässrigen Flüssigkeit ein; man lese das Volumen der Ätherfettsäure ab und lasse genau die Hälfte davon in ein geeignetes Gefäß, am besten in Glas-

<sup>8)</sup> Z. öff. Chem. 4, 393 (1898).

<sup>9)</sup> Z. Unters. Nahr.- u. Genußm. 9, 531 (1905).

schalen mit flachem Boden, Philippsbecher oder auch einfache Bechergläser oder Erlenmeyer, spüle den Glashahn mit etwas Äther ab. Auf einem mäßig warmen Wasserbade verdunste man vorsichtig das Lösungsmittel; sobald die Fettsäuren zähflüssig werden, stelle man das Gefäß genau 10 Minuten auf einen gewöhnlichen Trockenschrank; bei den gebräuchlichen Talgkernfett- und Schmierseifen schadet ein Trocknen von 10 Minuten im Laboratoriumstrockenschrank (100°) nichts. Sofortiges Wägen nach dem Abkühlen.

In Rücksicht auf die bereits von Fendler und Frank (l. c.) veröffentlichten Ergebnisse über das Verhalten der verschiedenen Fettsäuren beim Trocknen und, um Wiederholungen zu vermeiden, sollen des weiteren nur jene Versuche angeführt werden, die die Brauchbarkeit des Apparates darlegen. Zuerst galt es, das Verhalten der bekanntesten Seifenfettsäuren bei wesentlich kürzerer Trockendauer als sie von Hefelmann und später auch von Fendler angewendet wurde, zu studieren. Es wurden Mengen von etwa 0,5 g der Fette Hammertalg und Cocosfett und der Öle Leinöl und Palmkernöl im Apparate versetzt, die mit Schwefelsäure befreiten Fettsäuren im Äther-Petroläthergemisch aufgenommen und vom Gesamtvolume die Hälfte aufgefangen, getrocknet, gewogen. Die für die Versuche eingehaltene Trockendauer, TrockenTemperatur und die erhaltenen Werte sind aus nachstehender Übersicht zu entnehmen.

#### Hammertalg (australisch).

Trocken-dauer	Tempe-ratur	Versuch I		Versuch II.	
		Gewicht der Fett-säuren	Fettsäur. in Proz. d. angew. Fettes	Gewicht der Fett-säuren	Fettsäur. in Proz. d. angew. Fettes
Minuten	° C	%		%	
10	Wasserbad	0,2865	96,34	0,2947	96,01
10	do.	0,2865	96,34	0,2947	96,01
10	100	0,2859	96,12	0,2947	96,01
10	100	0,2853	95,93	0,2947	96,01
10	110	0,2835	95,33	0,2932	95,50

#### Leinöl (deutsch)

10	Wasserbad	0,2440	95,12	0,2533	95,03
10	do.	0,2436	94,97	0,2534	95,07
10	100	0,2512	97,93	0,2583	96,90
10	100	0,2494	97,28	0,2543	95,41
10	110	0,2482	96,76	0,2477	92,93

#### Palmkernöl.

10	Wasserbad	0,2124	91,91	0,1715	89,09
10	do.	0,2122	91,82	0,1715	89,09
10	100	0,2074	89,75	0,1673	86,91
10	100	0,2050	88,70	0,1645	85,46
10	110	0,1962	84,86	0,1579	82,03

#### Cocosfett (Schlinck & Co.)

10	Wasserbad	0,1984	89,05	0,1628	92,24
10	do.	0,1917	86,04	0,1578	89,41
10	100	0,1786	80,16	0,1490	84,42
10	100	0,1738	78,01	0,1452	82,27
10	110	0,1600	71,49	0,1340	75,92

Ein wesentlich verändertes Bild zeigen, wie aus folgenden Versuchen III und IV hervorgeht, die empfindlichen Fettsäuren des Cocosfettes bei gleicher Trockendauer aber erheblich niedrigerer Temperatur, die in einem Falle 42° C, im anderen 62° nicht überstieg.

Trocken-dauer	Tempe-ratur	Versuch III 57—62°		Versuch IV 42°	
		Gewicht der Fett-säuren	Fettsäur. in Proz. d. angew. Fettes	Gewicht d-r Fett-säuren	F. ftsäur. in Proz. d. angew. Fettes
Minuten	° C	μ	%	g	%
10	42—62	0,3351	91,61	0,2843	93,38
10	42—62	0,3324	91,87	0,2815	92,46
10	42—62	0,3297	90,13	0,2815	92,46
10	42—62	0,3312	90,54	0,2819	92,59
10	42—62	0,3286	89,83	0,2810	92,31
10	100	0,3249	88,82	0,2733	89,77

Die Resultate dieser Versuche sind nicht anders zu deuten, als daß die Fettsäuren des Hammertalg, des Leinöls und auch des Palmkernöles ein 10 Minuten langes Trocknen bei Wasserbadtemperatur, also etwa bei 92—95°, ohne wesentliche Verluste vertragen können, nicht aber die Fettsäuren des Cocosfettes. Stellt man aber nach Verjagen des Athers die Cocosfettsäuren auf einen mit Asbest verkleideten und auf 100° gehitzten Trockenschrank, der auf seiner oberen Außenseite in dem einen Falle (Versuch III) eine Temperatur von 57—62°, in einem anderen Falle (Versuch IV) eine solche von 42° erreichte, so weisen die erzielten Werte die wünschenswerte Übereinstimmung auf; erst bei höheren Temperaturen und längerer Trockenzeit treten auffällige Verluste ein. Diese Erscheinung kann wenig überraschen, ist es doch nach Ulzer<sup>10)</sup> und Farnecker bekannt, daß in Cocosfettsäuren auch mit niedrigerem und leichter siedenden Fettsäuren wie der Capron-, Capryl-, Caprinsäure zu rechnen ist. Vielleicht spielt auch die Buttersäure (Kp. 162°), deren Vorhandensein im Cocosfett bis jetzt noch nicht sicher erwiesen ist, beim Trocknen der Fettsäuren eine unheilvolle Rolle. Es würde nun ein Irrtum sein, wollte man die an den Fettsäuren reiner Fette studierten Verhältnisse ohne weiteres auf die Seifen übertragen; kann doch mit großer Sicherheit angenommen werden, daß ein gewisser Anteil der sehr flüchtigen Fettsäuren, sei es durch Auftreten starker Ranzidität, sei es durch Auflösen ihrer Alkalialze in der Unterlage oder durch Flüchtigkeit während des Fabrikationsbetriebes nicht mit in die fertige Seife übergehen. Tatsächlich haben die weiteren Versuche gezeigt, daß die Fettsäuren der Seifen bestimmter Fette, insbesondere des Cocosfettes, bei gleicher Trockendauer nicht die starken Verluste aufweisen wie die Fettsäuren der reinen Fette. Um vergleichsfähige Resultate zu erzielen, sind in nachstehenden Versuchen aus ein und denselben reinen Cocosfett-, Palmkernöl-, Leinöl-, Talgkern- und außerdem der Vollständigkeit halber einer Olivenölseife mit einem Drittel Talg-

<sup>10)</sup> Benedikt-Ulzer, Analyse der Fette. 5. Aufl. 1908, S. 875.

zusatz unter Verwendung des neuen Seifenapparates die Fettsäuren der Seife für sich und dann in Gestalt ihrer Kalisalze getrocknet und gewogen worden. Die Trockenzeit ist für die freien Fettsäuren bis auf die beiden ersten Versuche ab-

sichtlich etwas ausgedehnt worden, um auch das Verhalten der weniger empfindlichen Fettsäuren für diese Verhältnisse kennen zu lernen. Für die wässerigen Seifenlösungen war sowieso eine entsprechend längere Trockendauer einzuhalten.

### Fettsäure direkt gewogen.

Trocken-dauer	Tempe-ratur	Cocosseife		Palmkernölseife		Oleinseife, 1/3 Talg		Leinölseife		Talgkernseife	
		I	II	I	II	I	II	I	II	I	II
		%	%	%	%	%	%	%	%	%	%
10 Min.	Wasserbad 92—95°	64,16	64,03	67,82	67,20	40,46	41,78	44,76	45,13	64,96	65,03
10 "	100°	63,44	63,38	66,78	66,37	39,68	40,72	44,76	44,70	64,96	65,04
30 "	100°	62,46	62,16	66,78	66,37	39,86	40,26	44,26	46,19	64,74	65,03
1 Std.	100°	61,91	60,96	65,48	65,54	39,37	40,99	45,45	44,81	64,72	65,03
1 1/2 "	100°	61,44	58,28	65,66	65,74	38,74	39,47	44,25	43,72	64,68	65,02
2 "	100°	56,06	54,23	66,36	66,14	38,15	39,01	44,78	42,88	64,66	65,00
Fettsäure aus Kaliseife berechnet.											
1/2 "	100°	63,88	63,64	67,60	67,76	41,10	42,28	44,70	44,84	64,58	65,16
1/2 "	100°	63,30	63,24	66,74	66,52	39,98	40,54	44,06	44,70	64,62	65,20
1 "	100°	62,42	61,90	66,02	66,82	39,94	40,58	43,90	43,78	64,46	65,08
2 "	100°	61,42	60,86	65,74	66,10	39,78	40,58	44,38	44,10	—	—
3 "	100°	63,08	—	67,40	—	39,78	40,58	44,10	43,66	—	—
4 "	100°	62,38	—	66,64	—	39,30	39,64	43,98	43,94	—	—
5 "	100°	62,48	—	66,92	—	39,34	40,28	43,98	44,02	—	—

Es ist bei einer genauen Betrachtung der erhaltenen Zahlenwerte zunächst ersichtlich, daß auch die Seifen bestimmter Fettsäuregemische bei langerem Trocknen Veränderungen zeigen. Cocos- und Palmkernölseife zeigen das eigentümliche Verhalten, zunächst beim Trocknen im Gewichte einzubüßen, bis nach einer gewissen Trockendauer wieder starke Zunahme eintritt. Ob analoge Verhältnisse wie bei dem stark oxydierenden Leinöl und dessen Fettsäuren vorliegen, mag dahingestellt bleiben. Die Kenntnis dieser Verhältnisse mahnt jedoch bei der Bestimmung der Fettsäuren von Seifen durch Wägung der Alkalifettsäuren, das Trocknen nicht über Gebühr auszudehnen. Bei reichlichem Aufsaugematerial (geglühter Sand) und geringer Einwage (0,5—1 g Seife) genügt halbstündiges Trocknen der vorher auf dem Wasserhahn eingetrockneten Seifenlösung. Ein Vergleich der Resultate gegeneinander ließ aber auch erkennen, daß die viel einfache Methode der Ermittlung des „Gesamtgehaltes“ einer Seife mit dem neuen Seifenapparat auch für die empfindlichen Fette verwertbare Resultate zeitigt. Übt man weiterhin die Vorsicht bei Cocos- und Palmkernölseifen oder solchen aus Gemischen dieser mit anderen Fetten, die Fettsäuren nur auf dem Trockenschrank bei Temperaturen um 50° zu trocknen, so kann man mit guten Erfolgen rechnen.

Da der neue Seifenapparat schon seit 4 Jahren in hiesigen Fabriken und in einigen öffentlichen Laboratorien in Anwendung gekommen ist, dürfte es sicher weitere Kreise interessieren, einige im Fabrikslaboratorium einer hiesigen Seifenfabrik gewonnene Resultate, die mit den Berechnungen des Seifenmeisters im Einklang standen, kennen zu lernen. Sie sind gleichzeitig auch Belege für die exakte Arbeit des Apparates.

### Fettsäurebestimmung in Seifen, Seifenpulvern, Wasch- und Walkextrakten.

Nr.	Abge-wogen	Aufgefüllt	Apparat beschickt mit	Fettsäuren	
				g	% der Substanz

#### a) Kernseifen.

1.	10	100	25	0,7769	62,15
	10	100	25	0,7746	61,97
2.	10	100	25	0,7800	62,40
	10	100	25	0,7802	62,42
3.	10	100	20	0,6186	61,86
	10	100	20	0,6186	61,86
4.	10,022	100	25	1,7188	68,60
				1,7188	68,59

#### b) Grüne Marseiller Seife (Textilseife).

5.	10	100	25	0,6078	60,78
	10	100	25	0,6101	61,01

#### c) Schmierseifen.

##### a) Natronschmierseife.

6.	2,6922			0,4160	15,41
	3,3384			0,5200	15,60

#### β) Kalischmierseife.

7.	5	100	25	0,5010	40,08
	5	100	25	0,5054	40,43
8.	2,2372			0,6452	28,84
	3,0320			0,8732	28,80
9.	5,1022			1,4076	27,58
	5,9300			1,6394	27,64

Nr.	Abge- wogen	Aufgefüllt	Apparat beschickt mit ccm	Fettsäuren	
				gewogen %	Substanz % der
10.	2,7178			0,6812	25,06
	2,2562			0,5684	25,19
11.	10,7588	100	25	1,0348	38,47
	—	100	25	1,0376	38,94
12.	3,8317			1,2088	31,55
	2,5492			0,8038	31,53

d) Seifenpulver, Waschextrakte.

13.	5	100	25	0,0808	6,46
	5	100	25	0,0824	6,59
14.	5	100	25	0,3080	24,64
	5	100	25	0,3064	24,51
15.	10	250	50	0,3650	36,50
	10	250	50	0,3682	36,82
16.	10	100	25	0,4422	35,38
	10	100	25	0,4400	35,20
17.	10	250	50	0,3429	34,29
	10	250	50	0,3410	34,10
18.	5	100	25	0,2387	38,19
	5	100	25	0,2385	38,16
19.	5	100	25	0,3326	26,60
	5	100	25	0,3320	26,56
20.	5	100	25	0,4102	32,81
	5	100	25	0,4086	32,69
21.	10	100	25	0,4986	19,94
	10	100	25	0,4946	19,78
22.	10	100	20	0,1190	11,90
	10	100	40	0,2324	11,62
23.	50	1000	50	0,0604	2,41
	50	1000	50	0,0592	2,37
4,6184				0,1096	2,37
7,5318				0,1776	2,36
24.	2,0092			0,1558	12,73
	2,2771			0,1776	12,89
25.	6,7104			1,3424	20,00
	20	250	50	0,8044	20,11
26.	5,8843			0,2342	3,98
	6,8530			0,264	3,94
	5,9589			0,2374	3,98

Der zunächst für die Zwecke der Seifenanalyse bestimmte Apparat hat sich inzwischen auch noch für andere analytische Zwecke sehr bewährt, auf die in Kürze vorbehaltlich weiterer Mitteilungen hingewiesen sei. So gelang es mehrfach, auch andere ätherlösliche Stoffe wie Benzoesäure, Salicylsäure aus ihren Lösungen (Margarine, Fruchtsäfte) in der Weise zu isolieren und quantitativ zu bestimmen, daß die wässerigen Lösungen dieser Stoffe oder ihrer Salze im Seifenapparat mit Phosphorsäure versetzt und die freigemachten Säuren analog den Fettsäuren von Seifen in Äther-Petroläther aufgenommen und nach Verjagen des Lösungsmittels weiter behandelt wurden. Eine andere Ver-

wendung fand der Apparat im Laboratorium der Firma Fritz Schulz jun., Leipzig zur Feststellung des „Unverseifbaren“ im Olein.

Der Freundlichkeit des Betriebsleiters dieser Firma, Herrn Dr. Gruber, verdankt der Vf. die Niederschrift des ausprobenen Verfahrens, die mit dessen Einwilligung im Wortlaut wiedergegeben sei.

„Der Seifenprüfungsapparat von Dr. Röhrig ist bei uns seit ca. 2 Jahren in ständigem Gebrauch. Er ist bei einiger Übung in der Handhabung für unser Laboratorium ein zeit- und mühesparendes Hilfsmittel geworden und zwar:

1. seiner Bestimmung gemäß zur Feststellung des Fettgehaltes in Seifen;

2. aber zu einer schnellen und überaus exakten Bestimmung der Kohlenwasserstoffe im Handsolein.

Zu letzterem Zwecke haben wir für unsere Bestimmungen folgende Methode festgestellt: Es werden ca. 4–5 g Olein im Apparat mit ca. 4 g festem Natriumhydrat in ca. 30 g 50%igem Alkohol 10 bis 15 Minuten auf dem Wasserbade erhitzt; durch diesen Überschuß an Lauge werden auch die etwa neben freier Fettsäure vorhandenen Neutralfette verseift. Hierauf wird auf Zimmertemperatur abgekühlt und mit 50%igem Alkohol bis zur Marke aufgefüllt. In vier gleichen Portionen werden dann unter jedesmaligem guten Durchschütteln insgesamt 45 bis 50 g reinsten Petroläthers (Kp. 35°) zugegeben. Nun läßt man den Apparat 5–6 Stunden stehen, da immer noch Partikelchen der Seifenlösung feinst verteilt im Petroläther suspendiert sind. Hat sich der Petroläther dann völlig klar im Maßrohr abgeschieden, so läßt man die Hälfte der Anzahl cem in eine tarierte Schale ab. Nach dem Verdunsten des Äthers muß man noch 2–3 Stunden bei 60–70° trocknen. Oleine, die nur Fettsäure und Kohlenwasserstoffe enthalten, wie z. B. fast alle amerikanischen und holländischen Oleine, ergeben dann einen Kohlenwasserstoffgehalt, der den durch Titration bestimmten Fettsäuregehalt mit  $\frac{1}{4}$ – $\frac{1}{3}\%$  zu 100% ergänzt. Bei einigen deutschen und französischen Oleinen aber findet man eine Differenz, die auf Gehalt an Neutralfett zurückzuführen ist. Man titriert in einem solchen Falle das Olein (4 g) direkt im Röhrigen Apparat mit  $\frac{1}{1}$ -n. NaOH (in 30 ccm Alkohol abs.), füllt dann mit Wasser auf und verfährt wie oben. Der Rückstand aus Petroläther ist dann Neutralfett + Kohlenwasserstoffe.

Die Differenz mit der nach der ersten Methode gefundenen Zahl gibt dann das Neutralfett.“

Der neue Seifenapparat ist als Gebrauchsmuster eingetragen, seinen Vertrieb hat die Firma Franz Hugershoff, Leipzig, übernommen.

[A. 223.]

### Bekohlungsanlage mit Bleichertscher Elektrohängelbahn für das Kesselhaus der Firma Haniel & Lueg, Düsseldorf.

(Eingeg. 12.10. 1910.)

Diese kleine Anlage ist bemerkenswert wegen der Einfachheit von Konstruktion und Betrieb. Ein mit Winde versehener Elektrohängelbahnwagen läßt das Fördergefäß im Kohlenschuppen auf den