

gießt wie oben ab usw. Hier scheint sich bei einigermaßen rascher Arbeitsweise keine Molybdänsäure beim Säuremangel auszuscheiden; jedoch halte ich auch hier ein Dekantieren mit verd. (5%) Salzsäure für gut, damit kein basisches Eisensalz sich ausscheiden kann.

Zum Schlusse sei es mir noch gestattet, einige Zahlen anzuführen, die meine Angaben unterstützen.

Angewandt	Roh-SiO ₂	Verunreinigungen dasselben durch Abraschen mit HF erhalten	I.		II.	
			% Si	g	% Si	g
1,7190 Ferro-V.	0,0690	0,0008	1,85	1,9		
1,9940 "	0,0100	0,0006	0,22	0,21		
1,8850 "	0,0366	0,0010	0,85	—		
1,8830 "	0,0310	0,0004	0,76	0,72		
2,0250 Ferro-Mo	0,2110	0,0080	4,7	4,8		
1,9470 "	0,0245	0,0020	0,54	0,51		

Die Werte der Reihe II wurden gefunden, indem eine neue Probe genau nach Vorschrift behandelt, das rohe Kieselsäureanhydrid mit Kaliumbisulfat geschmolzen, die Schmelze in salzsäurehaltigem Wasser gelöst und die Kieselsäure abfiltriert wurde. Es bildete dies eine Kontrolle der Methode und sei deshalb hier kurz erwähnt.

Aus all diesem geht hervor, daß man für technische Zwecke bei der Analyse der genannten Produkte eine weitere Reinigung der Kieselsäure nach dem ersten Glühen nicht vorzunehmen braucht.

[A. 47.]

Über die Bestimmung der Verseifungszahl.

Von L. W. WINKLER.

(Eingeg. 28.2. 1911.)

Bei der Bestimmung der Verseifungszahl der Fette und Wachse kann statt der mit Äthylalkohol bereiteten Lösung vorteilhaft eine mit Propylalkohol bereitete Kaliumhydroxydlösung verwendet werden. Warmer Propylalkohol ist nämlich ein gutes Lösungsmittel der Fette und Wachse, ferner liegt dessen Siedepunkt bei einer höheren Temperatur als der des Äthylalkohols, so daß die Verseifung schnell und glatt verläuft; so z. B. ist Butterfett oder Bienenwachs bereits in 10 Minuten vollständig verseift. Ein weiterer Vorteil dieses Verfahrens wäre, daß man keines Rücklaufkühlers bedarf.

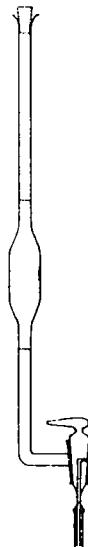
Zur Bereitung der Lösung benutzen wir gewöhnlichen käuflichen Propylalkohol, welcher vorerst gereinigt wird. Man löst in dem Propylalkohol pro Liter einige Gramm Kaliumhydroxyd, läßt einige Tage stehen und destilliert hierauf den Alkohol ab. In dem so gereinigten Propylalkohol werden pro Liter 30 g reinstes käufliches Kaliumhydroxyd gelöst und die Lösung durch einen kleinen Wattebausch geseiht; diese Lösung ist annähernd 0,5-n. Es möge bemerkt werden, daß sich das Ka-

liumhydroxyd in Propylalkohol zwar ziemlich leicht löst, wobei das Kaliumcarbonat zurückbleibt, zweckmäßig ist es jedoch, vorerst das Kaliumhydroxyd zu grobem Pulver zu zerreiben; wird der Inhalt der Flasche öfters umgeschüttelt, so ist das Kaliumhydroxyd in einigen Stunden gelöst. Das Seihen wird aber am besten erst nach 2—3 Tagen vorgenommen. Die mit gereinigtem Propylalkohol bereitete Kaliumhydroxydlösung ist farblos und färbt sich auch nach langem Stehen kaum gelblich.

Die Bestimmung der Verseifungszahl selbst wird in folgender Weise ausgeführt: Von dem zu untersuchenden Fette oder Wachs werden ca. 2 g in einen Kolben von ca. 100 ccm genau eingewogen; hierauf werden 25 ccm von der Kaliumhydroxydlösung hinzugefügt gelassen. Der Kolben wird mit einem ganz kleinen Becherglas (Vol. 25 ccm) so bedeckt, daß der Rand des Becherglases den Kolben nicht berührt, und auf dem Dampfbade 10—20 Minuten lang erwärmt; die Heizflamme wird so reguliert, daß der Inhalt des Kolbens eben gelinde siedet. Darauf wird in die heiße Flüssigkeit etwas (0,01 g) Phenolphthalein gestreut, und die Menge des Alkalins mit 0,5-n. Salzsäure zurückgemessen. Bei schwerer verseifbaren Substanzen wird das Erwärmen auf dem Dampfbade auf 20—30 Minuten verlängert. Es ist wichtig, den Kolben auf dem Dampfbade erst dann sich selbst zu überlassen, wenn das Fett oder Wachs schon vollständig gelöst ist; ebendeshalb soll der Inhalt des schon warmen Kolbens anfänglich einmal geschwenkt werden. Die Verseifung kann auch in einem Erlenmeyerkolben von 100 ccm mit aufgesetztem Trichter vorgenommen werden, jedoch wäre der oben angegebene Arbeitsmodus vorzuziehen.

Zum Abmessen der Lauge wurde die in nebenstehender Zeichnung veranschaulichte, mit Hahn versehene Pipette zweckmäßig gefunden, deren Hahn mit einer aus Ceresin und Vaseline bereiteten Salbe (1 : 3) gedichtet ist. Man arbeitet genau, wenn man nach dem Ausfließenlassen der Lauge aus der Pipette noch 2—3 Minuten wartet und die inzwischen über der unteren Marke sich ansammelnde Lauge auch in den Kolben gibt. Außer Gebrauch wird auf den verjüngten Teile des Hahnes eine kleine eingeschliffene und mit Hahnfett gedichtete Glashaube gesteckt und die Pipette oben mit einem Korkstöpsel verschlossen. (Bezugsquelle der Pipette: Dr. R. Riss, Glastechnisches Institut, Budapest). Die Versuche zeigten zwar, daß der Titer der alkoholischen Lauge, wenn man widerstandsfähiges Glas nimmt, auch nach 30 Minuten langem Erwärmen auf dem Dampfbade, sich meßbar nicht ändert; immerhin ist es aber angezeigt, auch einen „blinden“ Versuch auszuführen.

Nebst der Verseifungszahl wurde auch die Säurezahl der Fette und Wachse, und zwar in folgender Weise bestimmt: Von dem zu untersuchenden Fette wurden 5,6 g in eine Flasche mit Glasstöpsel von ca. 50 ccm Inhalt eingewogen, darauf wurden 20 ccm neutraler konz. Weingeist und nach Augenmaß 0,01 g Phenolphthalein hinzuge-



fügt, dann zur Flüssigkeit unter Schütteln bis zur Endreaktion $\frac{1}{10}$ -n. Natronlauge hinzugeträufelt. Es ergibt sich von selbst, daß, wenn vom Fett die oben angegebene Menge genommen wird, die Berechnung wegfällt, da die Menge der $\frac{1}{10}$ -n. Natronlauge in Kubikzentimeter direkt die Säurezahl ausdrückt. Bei Fetten, welche bei gewöhnlicher Temperatur nicht flüssig sind, ebenso bei Wollwachs und Walrat, wurde das Fläschchen bis zum Schmelzen der Substanz in warmes Wasser gestellt. Bei der Bestimmung der Säurezahl des Bienenwachses und des Japantalg es wurde eine Menge von etwa 1 g in 20 ccm warmem neutralen Propylalkohol gelöst, der Lösung 0,01 g Phenolphthalein hinzugefügt und mit $\frac{1}{10}$ -n. Lauge titriert. Wenn beim Titrieren die Flüssigkeit so weit abkühlt, daß sich Wachs auszuscheiden beginnt, muß man die Lösung etwas erwärmen. Man kann auch vorteilhaft 0,56 g von Wachs oder Japantalg abwägen, es in 10 ccm warmen Propylalkohol lösen und das Titrieren mit $\frac{1}{10}$ -n. Lauge vornehmen, wobei man nur mit 10 zu multiplizieren hat, um die Säurezahlen zu erhalten. So wurde z. B. auf je 0,56 g Wachs 1,87, 1,87 und 1,91 ccm $\frac{1}{10}$ -n. Lauge verbraucht, die Säurezahl ist also im Mittel 18,8.

Man kann natürlich auch bei der Bestimmung der Verseifungszahl das Rechnen umgehen, wenn man zum Versuche 2,8 g (genau 2,805 g) Substanz nimmt, wobei die Anzahl der zur Verseifung verbrauchten Kubikzentimeter der $\frac{1}{2}$ -n. Lauge mit 10 multipliziert die Verseifungszahl ergibt. Bei Fetten oder Wachsen mit sehr großer Verseifungszahl (über 200) könnte es aber vorkommen, daß die Lauge nicht in genügendem Überschuß vorhanden ist, so daß die Verseifung eine unvollständige wäre; man müßte also in diesem Falle etwas mehr oder etwas konzentriertere Lauge benutzen als oben angegeben. Das Arbeiten mit 2,8 g Substanz empfiehlt sich besonders bei der Bestimmung der Verseifungszahl des Bienenwachses, da in diesem Falle 25 ccm $\frac{1}{2}$ -n. Lauge vollauf genügen, und das Wachs mit genügender Genauigkeit auch auf einer Handwage abgewogen werden kann. Versuchsweise wurden dreimal je 2,80 g gelben Bienenwachsen auf einer feineren Handwage abgewogen und mit 25 ccm Lauge durch je 10 Minuten langes Erwärmen auf dem Dampfbade verseift; beim Zurücktitrieren mit Salzsäure wurde die Flüssigkeit warm gehalten. Es wurden zur Verseifung 8,86, 8,76, 8,79 ccm $\frac{1}{2}$ -n. Lauge verbraucht, so daß die Verseifungszahl im Mittel 88,0 beträgt.

Die untersuchten Fette und Wachse waren folgende:

Mandelöl. Die Ölprobe verdanke ich Herrn Apotheker Dr. A. von Deér, der es in seinem Laboratorium aus Bittermandeln selbst gepréßt hatte; Säurezahl: 1,2.

Zeit der Erwärmung	Ge-wogene Menge g	Zur Ver-seifung % _n .Lauge ccm	Ver-seifungs-zahl	Mittel
10'	2,031	13,90	192,0	
20'	2,012	13,77	192,0	192,1
30'	2,007	13,75	192,2	

Olivensöl. Vom Drogisten bezogenes „Oleum olivarum Gallic. opt. vierge“; Säurezahl: 2,4.

Zeit der Erwärmung	Ge-wogene Menge g	Zur Ver-seifung % _n .Lauge ccm	Ver-seifungs-zahl	Mittel
10'	2,017	13,76	191,3	
20'	2,021	13,81	191,6	
30'	2,035	13,81	190,3	191,1

Sesamöl. „Oleum sesami extra Jaffa“; Säurezahl: 6,1.

Zeit der Erwärmung	Ge-wogene Menge g	Zur Ver-seifung % _n .Lauge ccm	Ver-seifungs-zahl	Mittel
10'	2,018	13,67	190,0	
20'	2,022	13,80	191,4	
30'	2,049	13,94	191,7	191,0

Mohnöl. „Oleum papaveris alb.“; Säurezahl: 2,6.

Zeit der Erwärmung	Ge-wogene Menge g	Zur Ver-seifung % _n .Lauge ccm	Ver-seifungs-zahl	Mittel
10'	2,033	13,99	193,0	
20'	2,029	13,93	192,6	
30'	2,025	13,92	192,8	192,8

Rapsöl. „Oleum raparum raff.“; Säurezahl: 4,1.

Zeit der Erwärmung	Ge-wogene Menge g	Zur Ver-seifung % _n .Lauge ccm	Ver-seifungs-zahl	Mittel
10'	1,996	12,43	174,7	
20'	2,017	12,56	174,7	
30'	2,023	12,57	174,3	174,6

Ricinusöl. „Oleum ricini albiss. sem. decort. frig. press.“; Säurezahl: 0,8.

Zeit der Erwärmung	Ge-wogene Menge g	Zur Ver-seifung % _n .Lauge ccm	Ver-seifungs-zahl	Mittel
10'	2,125	13,71	180,9	
20'	2,138	13,82	181,3	
30'	2,140	13,85	181,5	181,2

Leinöl. aus der Ölfabrik in Györ; Säurezahl: 3,1.

Zeit der Erwärmung	Ge-wogene Menge g	Zur Ver-seifung % _n .Lauge ccm	Ver-seifungs-zahl	Mittel
10'	2,046	14,07	192,9	
20'	2,047	14,04	192,4	
30'	2,048	14,08	192,8	192,7

Kakaobutter. „Butyr. Cacao in mass.“; Säurezahl: 3,4.

Zeit der Erwärmung	Ge-wogene Menge g	Zur Ver-seifung % _n .Lauge ccm	Ver-seifungs-zahl	Mittel
10'	2,013	14,00	195,1	
20'	2,016	13,95	194,1	
30'	1,999	13,84	194,2	194,5

Butterfett, aus „Delikatessbutter“ ausgeschmolzen und filtriert; Säurezahl: 1,2.

Zeit der Erwärmung	Ge-wogene Menge g	Zur Ver-seifung % _n .Lauge ccm	Ver-seifungs-zahl	Mittel
10'	2,118	16,90	223,8	
20'	2,097	16,70	223,4	
30'	2,083	16,61	223,7	223,6

Schweinefett, aus zerkleinertem Schmalz auf dem Dampfbade ausgeschmolzen und filtriert; Säurezahl: 0,0.

Zeit der Erwärmung	Ge-wogene Menge g	Zur Ver-seifung % _n .Lauge ccm	Ver-seifungs-zahl	Mittel
10'	2,011	14,03	195,7	
20'	2,051	14,36	196,4	
30'	2,076	14,62	197,5	196,5

Talg, auf dem Dampfbade im Laboratorium ausgeschmolzen und filtrierter Rindstalg; Säurezahl: 0,1.

Zeit der Erwärmung	Ge-wogene Menge g	Zur Ver-seifung % _n .Lauge ccm	Ver-seifungs-zahl	Mittel
10'	2,077	14,66	198,0	
20'	2,058	14,54	198,2	
30'	2,025	14,33	198,5	198,2

Walrat. „Cetaceum american.“; Säurezahl: 0,1.

Zeit der Erwärmung	Ge-wogene Menge g	Zur Ver-seifung % _n .Lauge ccm	Ver-seifungs-zahl	Mittel
10'	2,113	9,31	123,6	
20'	2,055	9,01	123,0	
30'	2,042	8,96	123,1	123,2

Wollfett. „*Adeps lanae anhydr.*“; Säurezahl: 0,3.

Zeit der Erwärmung	Ge-wogene Menge	Zur Ver-seifung 1/10-n. Lauge	Ver-seifungs-zahl	Mittel
	g	cem		
10'	2,055	6,54	89,3	
20'	2,081	6,82	91,9	
30'	2,069	6,91	93,7	
45'	2,053	6,83	93,3	
60'	2,084	6,94	93,4	93,5

Das wasserfreie Wollfett wurde also erst nach halbstündigem Erwärmen auf dem Dampfbade vollständig versetzt.

Wachs. Es wurden drei Proben von Bienenwachs untersucht.

a) Weißes Bienenwachs; bei der Bestimmung der Säurezahl wurde auf 1,028 g 3,94 ccm 1/10-n. Lauge verbraucht; Säurezahl: 21,5.

10'	2,098	6,92	92,5	
20'	2,060	6,84	93,1	
30'	2,013	6,65	92,7	

b) Gelbes Bienenwachs; auf 1,006 g 3,71 ccm 1/10-n. Lauge; Säurezahl: 19,0.

10'	2,013	6,66	92,8	
20'	2,074	6,78	91,7	
30'	2,048	6,73	92,2	

c) Gelbes Bienenwachs; auf 1,018 g 3,60 ccm 1/10-n. Lauge; Säurezahl: 19,8.

10'	2,008	6,70	93,6	
20'	2,047	6,83	93,6	
30'	2,039	6,84	94,1	

Japantalg. „*Cera japonica alba.*“ Auf 1,038 g 3,52 ccm 1/10-n. Lauge; Säurezahl: 19,0.

10'	2,064	15,91	216,2	
20'	2,173	16,84	217,3	
30'	2,176	16,83	216,9	

Der Preisunterschied zwischen technischem Propylalkohol und nicht denaturiertem gewöhnlichen Alkohol ist ein geringer. Übrigens werden bei der Verseifung mit Propylalkohol nur 25 ccm verbraucht, beim Arbeiten mit Äthylalkohol werden dagegen gewöhnlich noch 25 ccm zum Verdünnen oder Nachfüllen verwendet. Immerhin lohnt es sich, aber, den Propylalkohol zurückzugewinnen. Man sammelt also die propylalkoholhaltigen Flüssigkeiten, verdünnt mit etwa gleichviel Wasser und destilliert zur Hälfte ab. Das aus Propylalkohol und Wasser bestehende Destillat wird mit Kochsalz oder Bittersalz unter Schütteln gesättigt. Zum abgeschiedenen, noch ziemlich viel Wasser enthaltenden Propylalkohol wird rohes Kaliumcarbonat hinzugefügt, welches nach einigen Tagen zerfließt. Man gießt jetzt den Alkohol ab und versetzt ihn nochmals mit etwas trockenem Kaliumcarbonat. Nach einigen Tagen ist der Alkohol verwendbar. Der so wiedergewonnene Alkohol ist zwar nicht wasserfrei, geringe Mengen Wasser stören aber nicht. Andererseits enthält der wiedergewonnene Alkohol nicht mehr die leichter flüchtigen Anteile des technischen Propylalkohols, da diese sich, teils

bei der Bestimmung der Verseifungszahl verflüchtigt haben, teils beim Aussalzen in der wässrigen Lösung verblieben sind. [A. 40.]

Budapest, im Februar 1911.

Ein regulierbares Stativ.

Von A. ROSENBURG, Warnsdorf.

(Eingeg. 6.3. 1911.)

Die allgemein in den Laboratorien verwendeten Stativs haben den Nachteil, daß sie bei den mannigfaltigen chemischen Arbeiten ein bequemes Auf- und Abwärtsbewegen ihrer mit der Stativstange fest verbundenen Ringe nicht zulassen. Dieser Übelstand macht sich besonders dann fühlbar, wenn z. B. bei einer Destillation ein schnelles Senken des hocherhitzten Heizbades notwendig wird, um ein Übersteigen des Kolbeninhaltens zu verhindern.

Mit einem Stativ nebenstehender Konstruktion ist dieser erwähnte Nachteil vollkommen wirksam beseitigt. Der Ring a ist mit einer im Innern der Stativstange befindlichen (auf der Skizze nicht sichtbaren) Spindel fest verbunden, die durch ein Rad b unter der Stativplatte beliebig gedreht werden kann. Durch dieses Drehen wird ein bequemes Senken und Heben des Ringes a bewirkt, so daß einem auf ihm stehenden Bade oder dgl. selbst bei hohen Temperaturen und ohne irgendwelche Hilfsmittel schnell jede gewünschte Stellung gegeben werden kann.

Die Platte c trägt den Brenner und kann entweder durch Verschraubung mit der Führung d gleichzeitig mit dem Stativring a auf- und abwärts bewegt werden oder aber durch eine zweite Schraube mit der Stativstange verbunden an einer bestimmten Stelle bleiben. Durch Heben oder Senken eines zu erhitzenden Gefäßes einerseits und durch Regulieren des Brenners andererseits ist auf diese Weise eine doppelte Möglichkeit zur Einstellung einer bestimmten Temperatur gegeben. Der Halter e dient zur Aufnahme der Klemmen.

Das Stativ, dessen Stabilität noch hervorgehoben werden mag, wird in der Armaturenfabrik und Metallgießerei von Julius Winkler in Warnsdorf i. Böhmen hergestellt. [A. 46.]

