

Zur Bestimmung des Glyceringehaltes in Rohglycerinen.

Von

Dr. F. Filsinger.

Das von R. Benedict und M. Cantor (Z. 1888 S. 460) empfohlene, als „Acetinverfahren“ bezeichnete Verfahren der Analyse von Rohglycerinen wurde in meinem Laboratorium durch die Herren Dr. Paul Spindler und Dr. E. Fickert mehrfach ausgeführt und zwar sowohl in Anwendung auf chemisch reines, doppelt destillirtes Glycerin, als auch bei Analyse eines sogen. Seifenglycerines, dessen Gehalt durch mehrfache Prüfungen nach der Methode Benedict-Zsigmondy vorher festgestellt und zu 74,8 Proc. Glycerin ermittelt war.

Es ergaben sich dabei folgende Resultate:

I. Chem. reines Glycerin
spec. Gew. = 1,229 bei 15° = 86,0 Proc. Glycerin
(nach Gerlach's Tabellen).

Angew. Menge	Verbraucht, cc Norm.-Salzs.	Glycerin- gehalt
1. 1,4485 g	39,77 cc	84,2 Proc.
2. 1,1230	30,74	84,0
3. 1,2650	34,54	83,7

II. Seifenglycerin Gehalt = 74,8 Proc. Glycerin.

Angew. Menge	Verbraucht, cc Norm.-Salzs.	Glycerin- gehalt
1. 1,2045 g	30,32 cc	77,2 Proc.
2. 1,4970	37,87	77,6
3. 1,1615	29,75	78,6
4. 1,3110	32,90	76,9
5. 1,5450	38,30	76,0
6. 1,8900	47,08	76,4
7. 1,4490	37,55	78,4
8. 1,6010	40,30	77,2

Aus diesen Resultaten ergibt sich, dass die Bestimmung in reinem Glycerin, wenn auch weniger als dem spec. Gewichte entsprechend, doch gut untereinander stimmende Resultate liefert, während die Analyse des Seifenglycerines bis um etwa 3,5 Proc. zu hohe Werthe zeigt. Da die aus den Seifenunterlaugen gewonnenen Rohglycerine die unreinsten Handelssorten bilden und sehr grosse Mengen fremder Stoffe von verschiedenster chemischer Natur enthalten, so scheint es, als ob dieselben doch eine Rolle in dem Acetinverfahren spielten und in solchen Fällen eine Vorbehandlung des Glycerines nothwendig wäre, um der schnell und leicht ausführbaren Bestimmungsmethode möglichst weite Verwendbarkeit zu verschaffen. Sehr ungünstig für jede Vorbehandlung ist aber der Umstand, dass es für Anwendung des Acetinverfahrens erforderlich ist, das Glycerin möglichst wasserfrei zur Untersuchung zu bringen.

Zur Kenntniss des Ucuhuba-Fettes.

Von

Ed. Valenta.

Vor einiger Zeit wurde mir eine Probe von sogenanntem Ucuhuba-(Urucuba)Fett mit dem Ersuchen übermittelt, ich möge über den Werth dieses Fettes für die Zwecke der Seifen- und Kerzenfabrikation ein Urtheil abgeben. Demzufolge wurde die im Nachfolgenden beschriebene Untersuchung ausgeführt und übergebe ich deren Resultate hiermit der Öffentlichkeit, weil ich glaube, dass dieselben für Manchen nicht ohne Interesse sein dürften.

Schädler (Technol. d. Fette S. 604) bezeichnet das fragliche Fett mit dem Namen Becuhibafett und führt an, dass es von *Myristica becuhiba* Humb. herrühre, dagegen beschreibt Tschirch (Jahresb. 1887 S. 1184) die Samen der *M. Surinamensis* und gibt denselben den Namen „Ucuhuba“.

Die mir vorliegende Probe des Ucuhubafettes ist gelbbraun, von ziemlich fester Beschaffenheit und riecht eigenthümlich aromatisch. Das Fett schmilzt bei 39° und riecht bei stärkerem Erhitzen scharf, fast unangenehm säuerlich. Es enthält zahlreiche Verunreinigungen in Form von Pflanzentheilen u. s. w.; den eigenthümlichen Geruch verdankt das Fett seinem Gehalte an ätherischem Öle. Durch Behandeln mit Wasserdampf lässt sich dieses und geringe Mengen flüchtiger Säuren, welche das Fett enthält, aus demselben entfernen.

Ein Theil des so behandelten Fettes wurde zur Bestimmung des Gehaltes an Gesamtfettsäuren und freien Säuren verwendet.

Es ergab sich: Gesamtfettsäure 93,4 Proc., freie Fettsäuren 8,8 Proc.

Es wurde nun eine grössere Menge Fett mit Natronlauge unter Zusatz von Alkohol verseift, und nach Verjagung des Alkohols die in Wasser gelöste Seife mit verdünnter Schwefelsäure zerlegt. Der hierbei erhaltene Fettsäurekuchen wurde mit heissem Wasser einige Male umgeschmolzen und endlich im Luftbade bei 110° getrocknet. Die so gewonnenen rohen Fettsäuren besitzen einen Schmelzpunkt von 46°, ihr Verseifungswerth ist 219 bis 220, die Jodzahl 9,5.

Aus diesen Zahlen geht hervor, dass das Ucuhubafett vorwiegend feste Fettsäuren enthält und dass unter diesen wahrscheinlich Fettsäuren mit verhältnissmässig niederem Kohlenstoffgehalt im Molecüle die Hauptmenge bilden müssen.

Zum Zwecke der näheren Untersuchung dieser Fettsäuren wurde das Gemenge in

96 proc. heissem Alkohol gelöst und nach einiger Zeit abfiltrirt. Hierbei zeigte es sich, dass der Boden der Schale mit einer harzigen braunen Masse bedeckt war, welche die Poren des Filters verlegte. Die Prüfung dieser Substanz, soweit es bei der geringen Menge des vorhandenen Materiales möglich war, ergab das Vorhandensein eines braunen harzartigen Stoffes von nicht unangenehmem, an Perubalsam erinnerndem Geruche, in Äther, heissem Alkohol, Petroleumäther und Chloroform löslich, geringer Mengen von Pflanzenwachs und einer braunen indifferenten Substanz.

Die klare rothbraune Lösung der Fettsäuren in Alkohol wurde sich selbst überlassen und täglich die gebildeten Krystallmassen daraus entfernt. Alle diese Massen bildeten krümelige körnige Partien, welche, aus heissem Alkohol mehrmals umkrystallisirt, weisse schuppige Krystalle lieferten, deren Schmelzpunkt 53 bis 53,5° war. Der Verseifungswerth dieser Krystallmassen war 245 bis 245,4, die Jodzahl = 0. Reine Myristinsäure hat einen Schmelzpunkt von 53,8°. Der Verseifungswerth ist 245,5 (berechnet). Vergleicht man diese Werthe, so ist ersichtlich, dass die fragliche Fettsäure lediglich Myristinsäure ist.

Aus dem Umstande, dass die zu verschiedenen Zeiten erfolgten Ausscheidungen von Fettsäure alle aus Myristinsäure bestanden, war zu schliessen, dass ausser Myristinsäure und Ölsäure keine andere Fettsäure in dem Gemenge vorhanden sei.

Um mir die Überzeugung von der Richtigkeit dieser Annahme zu verschaffen, habe ich die Mutterlaugen von den Krystallisationen einer partiellen Fällung mit Magnesiumacetat unterzogen, welche Prüfung die Richtigkeit der obigen Annahme ergab.

Nachdem das rohe Fettsäuregemenge ausser den genannten harzigen und sonstigen Beimengungen nur Myristinsäure und Ölsäure enthält, lässt sich der Gehalt an diesen Bestandtheilen aus der ermittelten Jodzahl berechnen.

Es ist $E = 1,1102 \times i = 1,1102 \times 9,5 = 10,54$ Proc. (wobei E der Procentgehalt an Ölsäure, i die Jodzahl des Gemenges bedeutet).

Also enthält das rohe Fettsäuregemenge: 89,46 Proc. Myristinsäure, Harz, Wachs u. dgl. und 10,54 Proc. Ölsäure.

Diese Zusammensetzung spricht allerdings für die Verwendung des Ucuhubafettes zu Zwecken der Kerzenfabrikation.

Wien, am 1. December 1888.

Zur Prüfung der Reagentien.

Von

Prof. Dr. L. L. de Koninck.

In der vorigjährigen Hauptversammlung der Deutschen Gesellschaft für angewandte Chemie (Z. 1888 S. 371) ist mit Recht auf die Prüfung der Reagentien grosses Gewicht gelegt worden. In Erwartung des diesbezüglichen Berichtes des Ausschusses der Gesellschaft will ich nicht verfehlen, mich in dieser Richtung nach Kräften nützlich zu machen, indem ich folgende Prüfungsverfahren für einige Reagentien bespreche.

Bleisuperoxyd enthält öfters Mangan, ebenfalls als Superoxyd; um dasselbe zu entdecken, genügt es nicht, wie es doch gewöhnlich angegeben ist, die Probe mit verdünnter Salpetersäure zu kochen; Manganhyperoxyd wird von Salpetersäure nicht gelöst, folglich bildet sich keine Übermangansäure oder höchstens eine Spur davon.

Wenn man doch die nasse Probe anwenden will, muss man zuerst etwas von dem Oxyde mit überschüssiger concentrirter Schwefelsäure bis zu vollständiger Zersetzung erwärmen und dann, nach dem Erkalten, mit Wasser und einer neuen Menge Hyperoxyd behandeln. Bei erneutem Erwärmen erhält man dann die rothe Lösung von Übermangansäure, wenn überhaupt Mangan vorhanden ist.

Äther. Die als rein bezeichnete Handelswaare enthält immer verschiedene Unreinigkeiten, namentlich organische Schwefelverbindungen, welche bei freiwilligem Verdunsten des Äthers als übelriechender Rückstand verbleiben. Sie verdient umso mehr den Namen Schwefeläther, da sie noch freien Schwefel in Lösung hält.

Letzterer wird schnell und sicher angezeigt, wenn man die fragliche Probe in einer Reagirröhre mit einem Tropfen reinen blanken Quecksilbers schüttelt. Ist die Menge Schwefel sehr gering, so nimmt das Quecksilber nur eine graue matte Oberfläche an; ist verhältnissmässig viel Schwefel vorhanden, so wird die ganze Flüssigkeit grau oder schwarz von Schwefelquecksilber.

Diese Probe ist wohl für die Pharmacie speciell wichtig; es sollte in den Apotheken kein Äther angewendet werden, welcher diese einfache Probe nicht aushalten könnte, da freier Schwefel wahrscheinlich nicht ohne organische Schwefelverbindungen anwesend sein soll.

Chloroform. Reines Chloroform reducirt in der Kälte eine alkalische Chamäleonlösung