

Zeitschrift für angewandte Chemie.

1889. Heft 3.

Trocken- und Wägegias für Papierfilter.

Von
C. Reinhardt.

Seit Jahren benutze ich zum Trocknen und Wägen von Papierfiltern den in Fig. 20 abgebildeten Apparat. Das zur Aufnahme des betreffenden Niederschlages erforderliche Filter wird in dem offenen Wägegias bei der erforderlichen Temperatur im Luftbade er-

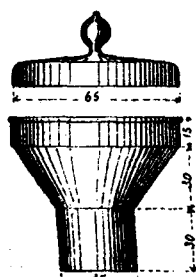


Fig. 20.

hitzt, sodann mit dem gut eingeschliffenen hohlen ebenfalls erhitzten Glasdeckel verschlossen, im Exsiccator erkalten lassen und gewogen. Nach beendiger Filtration und Auswaschung des Niederschlages lässt man das Filter etwas antrocknen (50 bis 60°), hebt dann dasselbe in das Wägegias, trocknet wie erwähnt und wägt. Um Spuren von Niederschlägen aus Bechergläsern, Glasschalen u. dgl. zu entfernen, wäge ich stets $\frac{1}{4}$ oder $\frac{1}{2}$ Filter mit ein und entferne die Niederschlagreste mit den feuchten Filterstückchen, gebe diese zum Hauptniederschlag, mit welchem sie wieder zur Auswägung gelangen.

Die Vortheile dieses Apparates sind folgende: Das Filter behält während des Trocknens seine kegelförmige Form bei, welche es beim Filtriren im Trichter hatte; ein Zusammenknittern findet nicht statt; die Verdampfungsfläche ist daher eine möglichst grosse und kann das Filter sammt Niederschlag nach erfolgter Trocknung ohne Weiteres wieder in den Trichter gesetzt werden, wenn es sich z. B. um Auslaugung von Be-

standtheilen des Niederschlages handelt ($\text{SiO}_2 + \text{PbSO}_4$ u. dgl.). Der Apparat, welcher von E. Leybold's Nachfolger in Cöln auf meine Veranlassung angefertigt und zu meiner vollsten Zufriedenheit geliefert wurde, wiegt etwa 45 g und kann das grösste zu wägende Filter einen Durchmesser von 12,5 cm besitzen.

Hochfeld am Rhein, December 1888.

Zur Neutralfettbestimmung.

Von
Max Gröger.

Hiermit möchte ich auf eine Erfahrung, welche ich gelegentlich nachstehender Untersuchung gemacht habe, aufmerksam machen.

Bei der Bestimmung der freien Fettsäure (bez. des Neutralfettes) im Cocosöl nach meiner bereits erwähnten Methode gelang es mir, trotz aller Sorgfalt bei der Ausführung der Titration, nicht genau stimmende Zahlen zu erhalten. Bald erkannte ich jedoch, dass es zur vollständigen Verseifung des Neutralfettes nicht hinreicht, dasselbe mit einem geringen Überschusse an halbnormal-alkoholischer Kalilauge durch eine halbe Stunde zu kochen, sondern dass dazu ein ganz beträchtlicher Überschuss erforderlich ist.

Es wurde Cocosöl in heissem Alkohol gelöst, mit Phenolphthalein versetzt und zur Absättigung der freien Säure mit halbnormal-alkoholischer Kalilauge bis zur bleibenden Rothfärbung titirt; dann mit einem Überschuss dieser Lauge eine halbe Stunde gekocht, darauf mit Halbnormalsalzsäure bis zum Verschwinden der Rothfärbung zurücktitirt, neuerdings mit Lauge gekocht, wieder zurücktitirt u. s. f. Dabei wurden gebraucht:

bei Versuch 1.		1,97 cc alkoholischer Kalilauge für die freie Säure			
	erhitzt mit	22,43 -	-	zurücktitirt mit	0,10 cc
abermals	-	5,20 -	-	-	0,25 -
-	-	1,50 -	-	-	0,25 -
-	-	9,00 -	-	-	2,95 -
Im Ganzen	-	40,10 -	-	-	3,55 -
bei Versuch 2.		2,12 cc alkoholischer Kalilauge für die freie Fettsäure			
	erhitzt mit	28,45 -	-	zurücktitirt mit	0,20 cc
abermals	-	1,50 -	-	-	0,15 -
-	-	11,20 -	-	-	2,85 -
-	-	10,00 -	-	-	10,00 -
Im Ganzen	-	53,27 -	-	-	13,20 -

Aus Versuch 1 berechnen sich die Neutralfettgehalte zu

91,9	93,2	93,5	94,6
93,0	93,3	94,7	94,7

Diese Zahlen für den Neutralfettgehalt zeigen erst dann genügende Übereinstimmung, als zum Zurücktitriren eine grössere Menge (etwa 3 cc) Halbnormalsalzsäure erforderlich, also ein grösserer Überschuss an alkoholischer Kalilauge vorhanden war. Wurde gleich von Anfang an ein grösserer Überschuss genommen, so zeigten die Zahlen sogleich gute Übereinstimmung. Für dasselbe Cocosöl wurde in 4 Versuchen gefunden:

Versuch	alkohol. Halbnormal- kalilauge		zurück- titrirt mit Halb- normalsäure	Neutral- fettgehalt %
	für die freie Fettsäure cc	im Ganzen cc		
1	1,80	50	17,50	94,46
2	2,05	50	12,15	94,48
3	2,10	45	6,20	94,59
4	1,90	40	5,40	94,51

Ganz dasselbe Verhalten zeigte ranziges Olivenkernöl (Sulfuröl) und Palmöl (letzteres weniger auffällig).

Auf diesen Umstand wird künftig hin nicht nur bei der Bestimmung des Neutralfettgehaltes nach meinem Verfahren, sondern auch bei der Ermittlung des Äquivalentgewichtes der Fette, bez. der jetzt gebräuchlichen Verseifungszahlen Rücksicht zu nehmen sein; und zwar in der Weise, dass man keine Titration als verlässlich betrachtet, bei der für etwa 5 g Fett zum Zurücktitriren des Alkaliüberschusses nicht mindestens 5 cc Halbnormalsäure erforderlich waren.

Ich glaube, dass sich dadurch manche Differenzen in den bis jetzt bekannten Verseifungszahlen der Fette erklären und in Zukunft vermeiden lassen.

Brünn, Januar 1889.

Laboratorium der deutschen Staatsgewerbeschule.

Über das Ranzigwerden der Fette.

Von

Max Gröger.

Dass die Fette beim Aufbewahren eine Zunahme an freier Säure erfahren, und dabei flüchtige Säuren, die den üblen Geruch der ranzigen Fette bedingen, sich bilden, ist eine allgemein bekannte Thatsache; die Kenntnisse über die chemischen Vorgänge aber, die dabei sich vollziehen, sind bis jetzt noch äusserst lückenhafte. Es ist fraglich, ob diese Umwandlungen durch die Luft allein bewerkstelligt werden, ob die fremden Beimengungen, die in jedem Fette in grösserer oder geringerer Menge vorkommen, da-

bei eine Rolle spielen, ob dieselben Fettsäuren, welche im Neutralfett gebunden sind, frei werden, oder ob aus diesen durch Sauerstoffaufnahme sauerstoffreichere Säuren von gleichem oder anderem Kohlenstoffgehalt sich bilden, ob endlich eine Verseifung der Fette durch Wasser und Abscheidung von Glycerin dabei stattfindet oder nicht.

Um der Lösung dieser Fragen näher zu kommen, wurden folgende Versuche angestellt.

Sechs verschiedene Fette (Unschlitt, Cocosöl, Cottonöl, Palmöl, Olivenkernöl, Knochenfett) wurden mit kochendem Wasser gewaschen, getrocknet, durch Papier filtrirt, in kleine Fläschchen von 50 cc Inhalt gefüllt, diese luftdicht verschlossen. Ein zweiter Theil derselben Fette wurde vorher mit 4 Proc. einer concentrirten Eiweisslösung emulsirt und in ebensolchen Fläschchen luftdicht eingeschlossen. Ein dritter Antheil wurde geschmolzen, filtrirt und von trockenen Filtrirpapierstreifen, welche vorher mit Wasser gewaschen und mit Äther ausgezogen worden waren, aufsaugen gelassen. Diese Streifen wurden zickzackförmig gefaltet und in grosse Einsiedegläser so eingesetzt, dass zwischen ihnen ungehindert Luft durchstreichen konnte. Ein vierter Theil endlich wurde auf Filtrirpapierstreifen, welche mit 10proc. Eiweisslösung getränkt und dann getrocknet worden waren, aufgetragen und in derselben Weise der Luft einwirkung ausgesetzt. Zur selben Zeit wurde für jedes dieser Fette der Gehalt an freier Fettsäure und das Äquivalentgewicht der aus denselben abgeschiedenen Gesamtfettsäuren bestimmt. Alle diese Proben blieben an einem und demselben Orte im zerstreuten Tageslichte bei Zimmertemperatur aufbewahrt. Nach Ablauf von vier Jahren (November 1884 bis November 1888) wurden von den in den verschlossenen Fläschchen befindlichen Fetten der Gehalt an freier Fettsäure bestimmt; die fettgetränkten Papierstreifen aber mit Äther ausgezogen, der Ätherauszug verdampft und mit einer grossen Menge kochenden Wassers mehrmals ausgewaschen, um etwa gebildete wasserlösliche Stoffe zu entfernen und dann erst der Gehalt an freier Fettsäure ermittelt.

Die gleiche Behandlung erlitten die auf Eiweisspapier befindlichen Fette. Die Resultate dieser Untersuchung sind in folgender Tabelle zusammengestellt¹⁾.

¹⁾ Die Bestimmung des Gehaltes an freier Fettsäure wurde nach meiner Methode ausgeführt. Dingler 246 S. 286; Jahresb. 1882 S. 1025. Alle in der Abhandlung angeführten Zahlen sind Mittelwerthe aus zwei gut übereinstimmenden Analysen.