

Äthers gegenüber der gelbrothen der früheren Wasserlösung zeigt. Das Schütteln muss fortgesetzt werden, bis die wässrige Schicht vollständig entfärbt ist. Übrigens dunkelt die Farbe der ätherischen Lösung allmählich nach, vermuthlich in Folge einer weiteren Spaltung des Doppelrhodanürs; man muss also alle mit einander zu vergleichenden Proben so schnell als möglich hintereinander ansetzen und am besten erst nach einigen Stunden Stehens zur Vergleichung bringen. Grobe Unterschiede lassen sich ja sofort bemerken, so dass man neben dem Cylinder *A*, welcher die Thonerdelösung enthält, wohl nur zwei Cylinder *B* und *C* benöthigen wird, welche mit den nahezu richtigen Mengen von Eisenalaunlösung beschickt sind; die definitive Entscheidung wird man nach Obigem erst nach einigen Stunden treffen. Allzulange (etwa über Nacht) soll man damit nicht warten; es ist mir mehrmals vorgekommen, dass nach längerer Zeit sich der Äther fast oder ganz entfärbte, und eine stark gefärbte dünne Flüssigkeitszone an der Grenze zwischen Äther und Wasser entstand. Dies trat nur ausnahmsweise ein und ist wohl auf Spuren von Verunreinigungen zurückzuführen, die bei ihrer äusserst geringen Menge kaum nachweisbar sein werden.

Die Genauigkeit der Vergleichung kann man recht gut auf $\pm 0,1$ cc der Eisenalaunlösung, also auf $\pm 0,000001$ g Eisen in den zur Prüfung angewendeten 5 cc schätzen, jedoch nur, wenn die Gesamtmenge des Eisens höchstens = 2 cc Eisenalaunlösung c) oder = 0,00002 g Eisen betrug. Das ist ein Zwanzigstel des Gesamtbetrages, was bei sehr kleinen Gehalten, von Tausendsteln oder auch Hundertsteln von Procenten, vollkommen genügt, aber bei erheblich höherem Gehalte an Eisen nicht mehr als ausreichend erachtet werden kann. Hier muss dann die Titrimethode eintreten, die bei jenen minimalen Gehalten ganz versagen würde.

Man kann bis auf obige Genauigkeit ohne Schwierigkeit schon bei Betrachtung der ätherischen Schicht im durchfallenden Licht, also nach der kleineren Dicke der Ätherschicht, kommen. Noch sicherer wird die Entscheidung beim Schiefdaraufsehen von oben, oder beim Durchblicken von oben durch die ganze Höhe der Ätherschicht, wobei die beiden zu vergleichenden Cylinder ein wenig über eine weisse Unterlage gehalten werden (dies ist viel besser, als sie auf dieser Unterlage stehend zu betrachten). Noch genauer könnte man natürlich mit eigentlichen Colorimetern arbeiten, bei denen die Bilder der beiden zu vergleichenden Flüssigkeiten durch Prismen dicht neben

einander projectirt werden. Aber abgesehen von dem ziemlich hohen Preise solcher Instrumente sind sie in der käuflichen Form für den vorliegenden Zweck ungeeignet, da die Cylinder oben offen, nicht zum Schütteln eingerichtet sind, der Äther nicht vor Verdunstung geschützt ist, und der Kitt, mit dem die Glasböden ange kittet sind, dem Äther auch kaum widerstehen wird. Auch hat man dann immer nur zwei Cylinder zur Verfügung, während wir drei oder vier brauchen.

Zur Untersuchung von Seifen.

Von

Dr. Ed. Spaeth.

Mittheilung aus dem Laboratorium der Kgl. Untersuchungsanstalt Erlangen.

Für die Bestimmung von festen Füllmaterialien in Seifen, als welche vor Allem kieselsaures und borsaures Alkali, Sand, seltener Gyps, Thon, Kreide, Dextrin, Leim u. dgl. in Betracht kommen können, wurde bis jetzt allenthalben empfohlen, die bei 100 bis 105° mehrere Stunden lang getrocknete Seife in der 8 bis 10 fachen Menge Alkohol oder absoluten Alkohol in der Wasserbadwärme zu lösen, das hierbei ungelöst Zurückgebliebene auf einem gewogenen Filter zu sammeln und nach dem Trocknen zu wiegen. Diese Methode der Bestimmung oder der Isolirung der fremden Stoffe hat verschiedene Unannehmlichkeiten im Gefolge, die ich bei den vielen Untersuchungen, die in genannter Richtung auszuführen waren, immer unliebsam bemerken musste. In erster Linie mussten stets grosse Mengen von Alkohol zum Lösen verwendet und die Lösung stets heiss filtrirt werden, wenn nicht ein plötzliches Festwerden der Seife eintreten sollte; das Auswaschen des Filterrückstandes erforderte noch längere Zeit und grössere Mengen Alkohol und dann verwendet man im Allgemeinen gewogene Filter nur, wenn kein anderer Ausweg vorhanden ist. Besonders misslich war mir jedoch immer bei der Isolirung des Füllmaterials, dass in den meisten Fällen dasselbe sehr schwer oder zum Theil gar nicht mehr von den Glaswandungen des Lösungsgefässes wegzubringen war. Ich habe deshalb nach längeren Versuchen, die nach verschiedenen Richtungen hin angestellt wurden, eine andere weit einfachere Art der Bestimmung solchen Füllmaterials gefunden, bei welcher das Filtriren, Auswaschen und die Benutzung eines gewogenen Filters in Wegfall kommen

und bei welcher auch ein Verlust an diesem Füllmaterial ausgeschlossen ist.

Zur Ausführung der Bestimmung von Füllmaterial bediente ich mich eines Gläschens, in der Form eines Wägeglasses, nur dass dasselbe am Boden und im Glasdeckel, der eingeschliffen ist, je drei Öffnungen eingefügt enthält. Ich habe dieses Gläschen in einer Abhandlung über Butteruntersuchung (d. Z. 1893, 513) beschrieben. Der durchlöchernte Boden des Gläschens wird zunächst mit einer etwa einige Centimeter dichten Schicht ausgeglühten, fein- und langfaserigen Asbestes bedeckt, darauf eine Scheibe Filtrirpapier (aus einem für quantitative Bestimmung nöthigen Filter ausgeschnitten) und nun noch eine in das Gläschen passende, mit Löchern versehene Glasscheibe gegeben, wie solche zum Einsetzen in Trichter zum Abfiltriren grösserer Niederschläge verwendet werden. Das Gläschen wird 1 Stunde lang im Trockenschrank bei 105° getrocknet, dann gewogen und in das Gläschen von der in dünne Scheiben zerschnittenen Seife etwa 5 bis 6 g abgewogen; es empfiehlt sich, die Scheiben recht dünn zu schneiden und die dabei sich gewöhnlich rollenden Streifen neben einander in das Glasgefäss zu stellen; auf diese Reihe gibt man dann eine weitere. Das Gläschen mit Inhalt wird zuerst bei 30 bis 50°, um ein Zusammenschmelzen der Seife zu verhüten, was besonders bei stark wasserhaltigen Seifen leicht einzutreten pflegt, dann 2 Stunden im Wassertrockenschrank und schliesslich noch 1 Stunde bei 105° getrocknet, um das Wasser zu entfernen; eine möglichst vollständige Entfernung des Wassers der Seife ist nothwendig, weil durch den Wassergehalt der Seife der bei der Extraction zur Verwendung kommende Alkohol verdünnt würde und infolge dessen Carbonate in Lösung gehen könnten. Wägt man nach der angegebenen Zeit das Gläschen mit Inhalt wieder, so ergibt sich aus der Differenz der Wassergehalt der Seife. Nach diesem Trocknen wird das Gläschen ohne Deckel in einen Soxhlet'schen Extractionsapparat gebracht, dieser mit einem hochprocentigen säurefreien Alkohol enthaltenden Kolben verbunden und nun so lange extrahirt, indem man den Kolben mit dem Extractionsapparate auf einem Sandbade erhitzt, bis durch den Alkohol eine vollständige Lösung der Seife stattgefunden hat, was nach etwa sechsstündigem flotten Extrahiren erreicht ist. Für das Ausziehen von Substanzen mit Alkohol im Soxhlet'schen Apparate empfiehlt es sich, das Steigrohr, durch welches die Dämpfe der Extractionsflüssigkeit aufsteigen, mit einem schlechten Wärmeleiter zu um-

hüllen, um ein Abkühlen des Alkohols und somit eine Verzögerung der Extraction zu verhindern; ich benutzte hierzu Asbestpapier, das den angegebenen Zweck sehr gut erfüllt und sehr gut dem Glasrohr sich anpassen lässt. Nach Beendigung der Extraction der Seife wird das Gläschen mit dem Inhalt, dem ungelöst zurückgebliebenen Füllmaterial, im Trockenschrank bei 105° 1 bis 2 Stunden getrocknet und gewogen (Gewicht: die in der Seife vorhandene Menge des Füllmaterials). In dem im Alkohol ungelöst Gebliebenen, also im Extractionsrückstand im Gläschen können enthalten sein in Wasser lösliche Salze, Wasserglas, Borax, Chloride, schwefelsaure und kohlensaure Alkalien, dann unlösliche Mineralsubstanzen, wie Kreide, Thon, Kieselsäure, Sand, ferner Stärke, Dextrin, Leim. Die weitere Untersuchung und Trennung dieser Stoffe wird am besten nach dem in dem vorzüglichen Werke von R. Benedikt, Analyse der Fette und Wachsarten, II. Aufl. 209 angegebenen Analysengänge vorgenommen. Behufs Auflösung der wasserlöslichen Bestandtheile wird das Gläschen am zweckmässigsten auf einem Saugapparat, wie man ihn bei dem Gooch'schen Tiegel anwendet, mit kaltem Wasser behandelt; der zurückgebliebene ungelöste Theil wird nach dem Behandeln mit Alkohol und Äther wieder im Trockenschrank getrocknet und gewogen; das wässrige Filtrat wird auf lösliche Salze, wie genannt, geprüft. Statt des Gläschens kann auch ein entsprechend grosser in einen Soxhlet'schen Apparat passender Gooch'scher Tiegel, der wie das Gläschen gefüllt und präparirt ist und den man, statt auszutrocknen, schwach glühen kann, Verwendung finden, der auch noch ein Glühen des im warmen und kalten Wasser unlöslichen Rückstandes gestattet. Für gewöhnlich, wenn nur die Menge des Füllmaterials zu bestimmen ist, wird jedoch der Gebrauch des Gläschens vorzuziehen sein; für die Beurtheilung genügt ferner vollständig eine qualitative Prüfung des gewogenen Füllmaterials.

Da die Extraction mit säurefreiem Alkohol vorgenommen wurde, so kann die alkoholische Seifenlösung zur Bestimmung allenfalls vorhandenen freien Alkalis oder freier Fettsäuren direct mit $\frac{1}{10}$ Säure oder $\frac{1}{10}$ Kalilauge titrirt werden; sollte die Seifenlösung fest geworden sein, so stellt man den Kolben in heisses Wasser. Die alkoholische Lösung kann weiter zur Bestimmung der Fettsäuren und des an die Fettsäuren gebundenen Alkalis verwendet werden. Eine Bestimmung dieser Bestandtheile, sowie des Wassergehaltes wird am zweckmässigsten in

der nachstehend angeführten Art vorgenommen, wenn die Vorprobe durch Auflösen einer Seifenprobe in Alkohol eine Abwesenheit von Füllmaterial ergeben hat und somit die im Vorstehenden angegebene Bestimmung desselben nicht vorzunehmen ist.

Ich habe nämlich auch die verschiedenen vorgeschlagenen Verfahren für die Seifenuntersuchung einer vergleichenden Prüfung unterzogen, dabei von dem Standpunkte ausgehend, eine Methode zu finden, welche möglichst genaue Resultate gibt und dabei auch nur kurze Zeit in Anspruch nimmt. In unserer Anstalt wurden die Untersuchungen von Seifen, die ziemlich häufig vorkommen, bis jetzt in der Weise ausgeführt, dass die bei der Beurtheilung einer Seife hauptsächlich in Betracht kommenden Bestandtheile, also der Gehalt an Wasser, an Fettsäuren und an Füllmaterial festgestellt wurden. Der erstere wurde dadurch erhalten, dass etwa 5 g Seife in möglichst dünne Scheiben zerschnitten und in eine mit ausgeglühtem Sand versehenen Platinschale abgewogen wurden; die Schale mit Inhalt wurde erst bei 35 bis 40°, dann im Wassertrockenschranke und schliesslich bei 105° getrocknet. Der Gehalt an Fettsäuren wurde ermittelt, indem etwa 10 g der Seife in einem Becherglase in Wasser gelöst wurden; die Seifenlösung wurde mit 40 cc N.-Schwefelsäure zersetzt, das Becherglas mit Inhalt im Wasserbade erhitzt, bis die Fettsäuren flüssig waren, und dann erkalten lassen; es wurde durch ein für quantitative Zwecke dienendes Filter filtrirt, die Fettsäuren noch einige Male mit Wasser umgeschmolzen, um alle Schwefelsäure zu entfernen und die Fettsäuren schliesslich auf das Filter gebracht. Das Filter mit den festen Fettsäuren wurde, nachdem das Wasser möglichst abgelassen war, in ein längeres Schiffchen aus Glas oder Blech gebracht, im Wassertrockenschrank getrocknet und dann im Soxhlet'schen Apparat die Fettsäuren mit Äther extrahirt; die am Becherglase anhaftenden Spuren von Fettsäuren wurden nach dem Trocknen mit Äther gelöst und zur Ätherlösung in's Kölbchen gegeben; diese wurde verdampft und der Kolbenrückstand nach dem Trocknen gewogen. Im Filtrate von den abgeschiedenen Fettsäuren wurde der Überschuss an Schwefelsäure durch Normalkali zurücktitirt und die verbrauchte Menge Schwefelsäure auf Na_2O berechnet. Selbstverständlich wurde, wenn kohlen-saures Alkali u. s. w. in der Seife vorhanden war, dieses besonders bestimmt und dieser Alkaligehalt von dem durch Titration der überschüssigen Schwefelsäure erhaltenen, den Fettsäuren entsprechen-

den, in Abzug gebracht. Auch wurde das an die Fettsäuren gebundene Alkali noch durch Titration der in Alkohol gelösten Fettsäuren mit $\frac{1}{2}$ N. alkoholischer Kalilauge berechnet. Die Methode gab, zumal grössere Mengen Seife verwendet werden konnten, genaue Resultate.

Diese Methode habe ich mit verschiedenen Methoden verglichen und hat dieselbe mit den von Huggenberg (Chemzg. Rep. 1891, 33) und Pinette (Chemzg. 1890, 1442) empfohlenen Methoden gut übereinstimmende Resultate ergeben. Wie jedoch ersichtlich, nimmt diese Methode ziemlich viel Zeit in Anspruch im Vergleiche zu den von Letztgenannten angegebenen Untersuchungsverfahren. Meine angestellten Versuche bezweckten, eine Methode zu finden, die gestattet, in einer abgewogenen Menge Seife sowohl das Wasser, wie auch die übrigen für die Beurtheilung nothwendigen Bestandtheile zu ermitteln. Ich glaube durch nachstehendes Verfahren den Zweck erreicht zu haben.

Von wasserarmen Seifen werden 4 bis 5 g, von wasserhaltigen 5 bis 6 g in ein trockenes tarirtes Kölbchen gewogen. Der Hals dieses Kölbchens erweitert sich in der Mitte und trägt noch an der engeren Stelle bei 120 cc eine Marke; der engere Theil des Halses hat einen Durchmesser von 2 cm, der weitere Theil von 2,5 bis 3 cm. Die Seife wird mit 50 proc. Alkohol im Wasserbade gelöst und dann mit demselben Alkohol bis zur Marke, also zu 120 cc aufgefüllt; von dieser Lösung werden behufs Wasserbestimmung nach dem tüchtigen Umschütteln 60 cc abpipetirt und in eine mit ausgeglühtem Quarzsande versehene gewogene Platinschale gebracht. Die Schale lässt man auf dem Wassertrockenschranke oder Trockenschrank stehen, bis der Alkohol verdunstet ist, da beim sofortigen Eindampfen auf dem Wasserbade Stossen und Spritzen des Schaleninhaltes eintritt, bringt dieselbe dann auf ein Wasserbad und dampft den Inhalt zur Trockene ein, indem man hie und da mit einem mitgewogenen Glasstäbchen den Inhalt durchrührt und ein Zusammenballen verhindert; es wird diese Wasserbestimmung analog ausgeführt, wie die Trockensubstanzbestimmung in der Milch u. dgl. Nach dem Eintrocknen im Wasserbade wird die Schale mit Inhalt 3 Stunden lang im Wassertrockenschranke erwärmt und nach dem Erkalten gewogen.

Der Rest des im Kölbchen befindlichen Inhalts, also die Hälfte der angewandten Seife enthaltend, wird bis zur Marke 120 cc nochmals mit 50 proc. Alkohol aufgefüllt, auf 17,5° temperirt und zur Marke mit dem

Alkohol ergänzt. Sollte die bei 17,5° aufgefüllte Seifenlösung fest werden, dann genügt ein kurzes Einstellen des Kolbens in ein erwärmtes Wasserbad; einem Übersteigen der durch das Erwärmen an Volumen etwas zugenommenen Flüssigkeit wird durch die Halsform des Kölbchens vorgebeugt. Bei Anwendung der oben angegebenen Seifenmengen findet ein Festwerden der Seifenlösung nicht statt. Den Kolbeninhalt gibt man in einen Scheidetrichter und spült den Kolben zweimal mit je 5 cc 50proc. Alkohol nach. Zu der Flüssigkeit (Seifenlösung) werden 20 cc Normalschwefelsäure gegeben, umgeschüttelt und nun 100 cc leichtsiedender Petroläther dazu gebracht. Nach tüchtigem wiederholten Durchschütteln (Glasstopfen mit Wasser benetzen) lässt man einige Zeit stehen und trennt dann die wässrige Schicht von der Ätherlösung, indem man die erstere in einen Erlenmeyerkolben ablaufen lässt. Diese Flüssigkeit wird, wenn nöthig, filtrirt und in 75 cc des Filtrates der Überschuss der Schwefelsäure durch Normalkali zurücktitrirt. Die verbrauchten cc Schwefelsäure mit 4 multiplicirt, geben den den abgeschiedenen Fettsäuren in der Seife entsprechenden Gehalt an Alkali an, der wie bekannt zu berechnen ist. Bei einem Gehalte der Seife an Stoffen, die Säure binden, wie freies und kohlen-saures Alkali u. s. w., wird mit den den Fettsäuren entsprechenden Alkaligehalt am besten durch Titration der abgeschiedenen Fettsäuren berechnen. Im anderen Theile der wässrigen Flüssigkeit kann nach bekannten Methoden (R. Benedikt, Analyse der Fette und Wachsarten, 2. Aufl., 211) der etwaige Gehalt an freiem Glycerin bestimmt werden.

Von der im Scheidetrichter befindlichen Lösung der Fettsäuren in Petroläther werden zur Bestimmung der Fettsäuren 50 cc in ein gewogenes Kölbchen pipettirt und der Petroläther im Wasserbade, das auf ungefähr 60 bis 80° erhitzt wird, unter Darüberleiten eines Stromes Wasserstoffgas vollständig verjagt. Hierbei wird das Kölbchen mit einem Korkstopfen versehen, in dessen einer Durchbohrung sich eine längere, bis fast auf die Flüssigkeitsschicht im Kölbchen reichende Glasröhre befindet; diese ist mit einem Wasserstoffapparat, dessen Gas gewaschen und getrocknet ist, verbunden; die andere Durchbohrung des Stopfens ist mit einem rechtwinklig gebogenen Ableitungsrohr für die Petrolätherdämpfe versehen. Wenn der Petroläther entfernt ist, erhitzt man das Wasserbad zum Kochen und leitet durch den Kolben noch 10 Minuten lang Wasserstoffgas. Nach dieser Zeit lässt man den abgetrock-

neten Kolben noch 1 Stunde über Schwefelsäure stehen. Nach dem Wiegen der Fettsäuren können diese noch weiter untersucht, auch die Verseifungszahl festgestellt werden. Löst man den Fettsäurerückstand in säurefreiem Alkohol auf und titrirt mit $\frac{1}{2}$ -normal-alkoholischer Kalilauge (Köttstorfer'sche Lösung), bis Rothfärbung des zugesetzten Phenolphthaleins eintritt, so lässt sich aus dem Verbräuche an Kali das an die Fettsäuren gebundene Alkali berechnen, das mit dem oben angegebenen Verfahren der Bestimmung des gebundenen Alkalis zusammen stimmen muss. Gibt man zur kalt titrirten Lösung der Fettsäuren in Alkohol einen Überschuss von alkoholischer Kalilauge (20 bis 25 cc) und erhitzt 15 bis 20 Minuten auf dem Wasserbade zum schwachen Sieden, so lässt sich nach dem Zurücktitriren mit $\frac{1}{2}$ -Normalsalz-säure ein eventueller Gehalt an Neutralfett leicht ermitteln und berechnen.

Bevor ich an die Anwendung der vorstehend mitgetheilten Untersuchungsmethoden ging, habe ich zuerst noch eine Reihe vergleichender Untersuchungen angestellt, ob auf die angegebene Art die einzelnen Bestandtheile der Seife ganz sicher bestimmt werden können. Die Bestimmungen des Wassergehaltes wurden durch solche, nach der früher ausgeführten Methode vorgenommen, verglichen; es ergaben die Versuche meist gut übereinstimmende Resultate; im Allgemeinen wurden nach der letztgenannten Methode etwas niedrigere Resultate erhalten; mir scheinen jedoch die Resultate der empfohlenen Methode die richtigeren zu sein, da beim Eintrocknen der Seifenlösung mit Sand auf dem Wasserbade und nach dreistündigem Trocknen im Wassertrockenschrank fast stets Gewichtconstanz eintrat, während dies beim Trocknen nach der directen Methode nicht der Fall ist. Ich erhielt folgende Resultate:

Proben	Seife in dünne Scheiben zerschnitten mit Sand eingetrocknet	Seifenlösung in der Schale mit Sand eingetrocknet
	Wassergehalt Proc.	Wassergehalt Proc.
Seife I	40,50	41,30
- II	55,05	54,97
- III	17,70	17,10
- IV	8,09	9,96
- V	8,90	9,8
- VI	24,8	25,1

Selbstverständlich kann der Wassergehalt von Seifen, die freies Alkali, Glycerin, Petroleum, Alkohol beigemengt enthalten, nicht auf die geschilderte Art vorgenommen werden. Den Wassergehalt derartiger Seifen erhält

man nach der Bestimmung der anderen Bestandtheile aus der Differenz.

Die Isolirung der Fettsäuren wird nach Huggenberg mit wasserhaltigem Äther, nach Pinette mit einer Mischung von Äther-Petroläther vorgenommen. Ich habe nach den vielen vergleichenden Versuchen den leichtsiedenden Petroläther für das zweckmässigste Lösungsmittel befunden, da derselbe kein Wasser aufnimmt und dann auch fast keine färbenden oder sonst fremden Bestandtheile löst; um sicher zu sein, dass durch Petroläther die ausgeschiedenen Fettsäuren leicht und vollständig gelöst werden, habe ich in kleinen dünnen Gläschen genau abgewogene Mengen von Fettsäuren in die mit Wasser zum Theil angefüllten Scheidetrichter gebracht, bestimmte Mengen (100 cc) Petroläther zugegeben und ausgeschüttelt. Ein bestimmtes Volumen der Petrolätherlösung wurde in ein Kölbchen gemessen und der Petroläther, wie oben angegeben, entfernt. Es wurden genau die abgewogenen Mengen Fettsäuren wieder gewonnen, ein Beweis, dass sämtliche Fettsäuren leicht und vollständig von Petroläther gelöst werden. Was das Trocknen der Fettsäuren betrifft, so wird durch ein Trocknen im Wassertrockenschrank und bei höheren Temperaturen nie eine Gewichtsconstanz erreicht, weil 2 Fehlerquellen vorhanden sind, von denen die eine eine Gewichtszunahme, die andere eine Gewichtsabnahme bewirkt. Die erste Fehlerquelle ist bedingt durch die Neigung der Ölsäure sich zu oxydiren, die zweite liegt in der wenn auch nur sehr geringen Flüchtigkeit dieser Säure (R. Benedikt, Analyse der Fette, 112). Ich habe diese Thatsache bei den vielen Versuchen bestätigt gefunden und deshalb das Entfernen des Petroläthers und dann das Trocknen im Wasserbade unter beständigem Einleiten von Wasserstoff vorgenommen. Nach 1stündigem Stehen des Kolbens im Exsiccator über Schwefelsäure wird gewogen. Ich halte diese Art und Weise des Trocknens der Fettsäuren für die allein richtige Zahlen gebende, wie dies auch durch die stets vollkommen zusammenstimmen Resultate am besten bewiesen wird. Dabei ist das Trocknen viel schneller beendet.

Versuche, die Fettsäuren durch Centrifugiren zu isoliren nach Art des Gerberschen Verfahrens, führten zu keinem befriedigenden Resultate; es können nur zu geringe Mengen Seife verwendet werden, zudem wäre durch diese Bestimmungsmethode keine Zeit gewonnen, da zu der Bestimmung des Wassergehaltes, wie des an die Fettsäuren gebundenen Alkalis u. s. w. immer wieder neue Mengen Seife abgewogen werden müssten.

Ch. 96.

Bezeichnung	50 cc der Petrolätherlösung unter Einleiten von Wasserstoff getrocknet = Fettsäuren in Proc.	I. Petrolätherlösung abdestillirt, im Wassertrockenschrank getrocknet. II. Nach der früheren Methode bestimmt, wie angegeben Proc.
Ganz trockene Seife mit 9,96 Proc. Wasser	I. 77,6 II. 77,6	78,0 76,16
Seife mit 52,1 Proc. Wasser und Füllmaterial	I. 25,91 II. 26,06	25,70 26,42
Seife mit 41,3 Proc. Wasser und Füllmaterial (8 Proc.)	I. 39,70 II. 39,80	39,20 40,10
Harzseife	I. 50,56 II. 50,45	51,40 50,80

Die angegebene Methode der Prüfung der Seife giebt sehr gute Resultate; besonders die Bestimmung der Fettsäuren, des bei der Beurtheilung den meisten Ausschlag gebenden Bestandtheiles, ist eine sehr genaue; zudem ist die Analyse in kurzer Zeit beendet. Ist eine Seife nur auf ihren Gehalt an Fettsäuren, Wasser, Alkali zu prüfen, so kann dies in einer abgewogenen Menge geschehen; nur für die Bestimmung des vorhandenen Füllmaterials ist eine besondere neue Menge nöthig, jedoch auch diese Bestimmung erledigt sich in schneller und sicherer Weise nach der angegebenen Methode; weiters kann auch mit dieser Bestimmung diejenige der freien Säure oder des freien Alkalis verbunden werden. Übrigens können auch im alkoholischen Seifenauszug, von der Bestimmung des Füllmaterials, die Fettsäuren, das Alkali, Glycerin bestimmt werden. In diesem Falle wird die alkoholische Lösung der Seife, im Falle dieselbe fest geworden ist, in der Wasserbadwärme gelöst, in einen graduirten Cylinder gebracht und mit dem gleichen Volumen Wasser vermischt. Nach dem Abkühlen auf 17,5° misst man einen bestimmten Theil der Lösung in einen Scheidetrichter, gibt eine entsprechende Menge Normalschwefelsäure hinzu, schüttelt mit Petroläther aus und verfährt, wie angegeben wurde.

Über die Fabrikation und den Eisengehalt deutscher Sulfate.

Von

H. Ost.¹⁾

Das Natriumsulfat wird in Deutschland heute nach folgenden Methoden im Grossen hergestellt: 1. Aus Chlornatrium und Schwe-

¹⁾ Vortrag, am 5. Oct. gehalten im Hannover-schen Bezirksvereine.