

# Zeitschrift für angewandte Chemie

Seite 9—24

Aufsatzteil

13. Januar 1914

## Fachgruppe für analytische Chemie.

### Bericht der Unterkommission für die Bearbeitung der Eisenerzanalyse.

Von Prof. Dr. E. HINTZ.

(Eingeg. 10./12. 1913.)

Bei Gelegenheit der Hauptversammlung in Stettin war kurz über die vergleichende Untersuchung von 8 verschiedenen Eisenerzen berichtet worden. An den Untersuchungen hatten sich 11 Mitarbeiter beteiligt, und zwar Vertreter des Erzhandels, der Hütten und analytischer Laboratorien. Hinsichtlich der Einzelresultate verweise ich auf den in dieser Zeitschrift enthaltenen Bericht<sup>1)</sup>.

Der höchste, der niedrigste und der Mittelwert dieser Resultate ergibt sich aus der nachstehenden Tabelle:

	Höchster Wert %	Niedrigster Wert %	Mittelwert %	Aus Einzel- Analysen
Grängesbergerz . . . . .	63,85	62,94	63,27	11
Caënerz . . . . .	48,44	47,78	48,03	11
Kiirunaerz . . . . .	65,54	64,89	65,20	11
Santandererz . . . . .	57,40	56,71	57,01	11
Villaricoserz . . . . .	46,42	45,91	46,17	11
Calaerz . . . . .	53,54	53,01	53,27	11
Kupferhaltiger Röst- kies . . . . .	66,15	65,63	65,95	10
Chromhaltiges Thebes- erz . . . . .	47,33	46,64	47,02	10

Bei der Übersendung dieser Proben, welche nach der üblichen Vorbereitung als von gleichmäßiger Beschaffenheit bezeichnet werden konnten, war den sämtlichen Mitarbeitern die Beschreibung einer Ausführungsform der Reinhardt'schen Methode zugegangen. Es mußte deshalb befremden, daß derartige Unterschiede vorkommen konnten, wie sie vor allem in den Resultaten hinsichtlich des Grängesbergerzmusters hervortraten, bei welchem eine größte Abweichung von 0,91% vorliegt.

Versuche, die Mitglieder der Unterkommission bei Gelegenheit der Hauptversammlung in Freiburg i. B. im Mai 1912 zu erneuter Beratung zu vereinigen, führten zu keinem Erfolg.

Um eine Verständigung wegen weiter zu unternehmen der Schritte herbeizuführen, fand nun eine Besprechung am 15./3. 1913 in Frankfurt a. M. statt.

An denselben nahmen teil die Herren Prof. Dr. E. Hintz, Wiesbaden, Prof. Dr. E. Corleis, Essen (Ruhr), Chefchemiker H. Kinder (Rhein. Stahlwerke), Duisburg-Meiderich, Prof. Dr. A. Kolb, Darmstadt, und Alexander Müller (Wm. H. Müller & Co.), s'Gravenhage. In gemeinsamer Beratung wurde anerkannt, daß durch Streichung extremer und durch Zusammenfassen nahe zusammenliegender Resultate, abgesehen von der mit einem solchen Vorgehen verbundenen Willkür, sich nur Mittelwerte schaffen lassen, welche noch keineswegs befriedigen. Es mußten deshalb die Unterschiede der Analysenzahlen auf Mängel in der Methode zurückgeführt werden. In Anbetracht dieser Erkenntnis wurde es für richtig gehalten, eine in allen Einzelheiten genau präzisierte Methode herauszugeben und gleichzeitig wiederum an die Mitarbeiter 4 Proben zu versenden mit der Bitte, die Vorbereitung der Proben und die Untersuchung genau der Vorschrift gemäß zu bewirken. Es war neben der Untersuchung auch die Vorbereitung der Proben in den Rahmen der Feststellung hereingezogen worden, weil Anzeichen darauf deuteten, daß

durch die Versendung eine Entmischung der Proben bewirkt wurde, und dadurch bei der üblichen Vorbereitung nicht übereinstimmende Resultate herbeigeführt werden konnten.

Die Vorschrift lautete:

#### a) Vorbereitung der Probe.

Die ganze Erzprobe<sup>2)</sup> wird aus der Dose auf einen weißen Bogen Papier entleert und durch Zusammenfalten dieses Bogens und Ausschütten auf einen zweiten Bogen als Kegel aufgesetzt. Dieser Kegel wird mit einem breiten Spatel — Eisen als Material ausgeschlossen — in der Mitte geteilt und zunächst die eine Hälfte nach der Seite zu dünner Schicht verflacht. Auf die so hergestellte Unterlage wird die zweite Hälfte des Kegels aufgeschichtet und nun das Ganze in allen Teilen mit dem Spatel flachgedrückt.

Diese Operation wird 20mal wiederholt.

Der letzte Kegel wird mit einer Glasplatte flachgedrückt und mit dem Quadranten in Teile zerlegt.

Je zwei gegenüberliegende Teile des Quadranten werden zu einem Muster vereinigt. Auf diese Weise werden zwei Muster, A und B, erhalten, von denen jedes für sich in der vorher geschilderten Weise 20mal behandelt wird. Ein jedes der Muster wird für sich in eine möglichst kleine Dose gegeben und aus dieser für die Einwage mit einem scharfen Spatel die Probe entnommen, und zwar die eine Analyse aus der Probe A, die Gegenanalyse aus der Probe B. Jedes Schütteln oder Aufstoßen der Dose oder Umrühren des Inhalts ist zu vermeiden, wie überhaupt darauf zu achten ist, daß das Erzpulver, außer wie vorgeschrieben, nicht anderweitig bewegt wird. (Die Verwendung von Wägetröhrchen, um die Wägungen aufeinander folgend vorzunehmen, ist zu verwerfen.)

Die Wasserbestimmung ist gesondert auszuführen.

#### b) Ausführung der Eisenbestimmung.

Für die Analyse werden 5 g eingewogen. Zweckmäßig macht man außer den Einwagen von je 5 g der Proben A und B noch jeweils zweite Einwagen von je 5 g von jeder der Proben und bewahrt solche in Wägetröhrchen auf, um die einzelnen Einwagen als Ganzes zu verwenden für den Fall, daß Kontrollanalysen erforderlich werden sollten.

Erze, welche organische Substanzen oder Kies enthalten, werden geglüht, anfangs in bedecktem, später in offenem Porzellantiegel. Nach dem Erkalten wird die Probe gelöst, wie nachstehend beschrieben ist.

Die eingewogenen 5 g durchfeuchtet man in einem 4—500 ccm fassenden Erlenmeyerkolben mit 1—2 ccm Wasser und gibt 100 ccm Salzsäure vom spez. Gew. 1,19 zu. Der Kolben wird alsdann mindestens 3 Stunden, mit einem Uhrglas oder einer Glaskugel bedeckt, bei 60° digeriert.

Der Aufschluß wird zur Vertreibung des Chlors gekocht.

Nach Zugabe von 150 ccm Wasser wird der verbleibende Rückstand unter Dekantieren filtriert und die Lösung in einem 500 ccm-Kolben aufgefangen.

Der Rückstand wird nach dem Auswaschen im Platintiegel verascht, mit Natriumbicarbonat gemischt, überdeckt und geschmolzen. Die Schmelze wird mit Wasser und Salzsäure gelöst, zum Kochen erhitzt, oxydiert und das Eisen mit Natronlauge gefällt. Der ausgewaschene Niederschlag, in Salzsäure gelöst, wird zu der Haupteisenlösung hinzugebracht.

Statt den Rückstand mit Bicarbonat zu schmelzen, kann man denselben auch mit Flußsäure und Schwefelsäure

<sup>1)</sup> Angew. Chem. 24, 1118 (1911).

abrauchen, ohne ihn jedoch festzubrennen. Der Rückstand löst sich dann in Salzsäure und Wasser. Diese Lösung wird wiederum nach dem Oxydieren mit Natronlauge gefällt und das abgeschiedene Eisen gelöst und zur Hauptlösung gebracht.

Rückstände von chromhaltigen Erzen werden im Nickeltiegel mit Natriumsuperoxyd und Soda aufgeschlossen. Die Schmelze wird in heißem Wasser gelöst, filtriert, ausgewaschen und das auf dem Filter verbleibende Eisenoxyd in heißer verdünnter Salzsäure (1:3) gelöst und diese Lösung der Hauptlösung hinzugefügt.

Nach Auffüllen der Hauptlösung auf die Marke werden aus dem Kolben 100 ccm abgemessen (Pipette und Kolben müssen aufeinander eingestellt sein). Diese 100 ccm werden auf 50 ccm eingedampft und heiß mit konz. Zinnchlorürlösung reduziert, bis die gelbe Farbe verschwunden ist; man gibt dann noch 1–2 Tropfen Zinnchlorürlösung zu, kühlt ab und versetzt die kalte Lösung mit 25 ccm einer 5%igen Lösung von Quecksilberchlorid, läßt wenigstens 2 Minuten stehen und gießt dann unter Nachspülen in 2 l Leitungswasser, das mit 60 ccm der Mangansulfatphosphorsäurelösung versetzt und mit Permanganat eben angerötet ist, ein. Diese Flüssigkeit wird mit Permanganat austitriert. Zur Titration benutzt man zweckmäßig eine Bürette von 75 ccm Inhalt, welche in  $\frac{1}{10}$  ccm geteilt ist, damit man mit dem Inhalt einer einzigen Bürette ausreicht. Die Lieferung solcher Büretten erfolgt von seiten der Firma Dr. H. Geißler Nchl., Bonn, den Vorschriften der Kaiserl. Normaleichungskommission entsprechend, jedoch nicht geeicht<sup>3)</sup>.

#### Erforderliche Lösungen:

a) Die Permanganatlösung soll etwa 6 g Kaliumpermanganat im Liter enthalten, so daß 1 ccm etwa 0,01 g Fe anzeigt. Der Titer wird in gleicher Weise mit chemisch reinem Eisenoxyd ermittelt; es ist dabei die Einwage so zu wählen, daß möglichst gleiche Mengen von Chemikalien wie bei der Analyse verbraucht werden.

b) Zinnchlorürlösung: 120 g granuliertes Zinn (Bankzinn) löst man in 500 ccm Salzsäure (1,124 spez. Gew.). Nach Aufhören der Gasentwicklung gießt man die Flüssigkeit bei noch vorhandenem Zinn in eine 4 l-Flasche, in welcher sich 1000 ccm Salzsäure (1,124 spez. Gew.) und 2000 ccm Wasser befinden.

c) Mangansulfatlösung: 200 g krystallisiertes Mangansulfat werden in 1 l destilliertem Wasser gelöst; diese Lösung wird in ein Gemisch von 1000 ccm Phosphorsäure (1,3 spez. Gew.), 600 ccm Wasser und 400 ccm Schwefelsäure (1,84 spez. Gew.) eingetragen.

Streitig war die Frage, ob der Kupfergehalt, wie solcher in den Eisenerzen vorkommt, bei der Reinhardtischen Methode von einem Einfluß sein kann oder nicht, also mit anderen Worten, ob vor der Ausführung der Eisentitration eine Abscheidung des Kupfers ein Erfordernis ist oder nicht. Um auch hinsichtlich dieses Punktes Unterlagen zu schaffen, wurden die Mitarbeiter gebeten, die 4 neuerdings versandten Proben so zu untersuchen, daß jedes Erz einmal nach der vorstehenden Vorschrift, ein zweites Mal, einerlei ob Kupfer vorhanden ist oder nicht, unter der Voraussetzung, daß Kupfer vorhanden wäre und abgeschieden werden müßte, der Analyse unterworfen wird. Es war also von jedem Erz eine Untersuchung in der Weise auszuführen, daß in die Haupteisenlösung Schwefelwasserstoff eingeleitet, der Niederschlag abfiltriert und das Filtrat eingengt wurde. Sich abscheidender Schwefel sollte abfiltriert und auf einen etwaigen Eisengehalt geprüft werden. Die Reduktion mit Zinnchlorür sollte unbedingt in einem Flüssigkeitsvolumen von 50 ccm erfolgen; würde bei dem Einengen zuviel Salzsäure weggedampft sein, so wären vor der Reduktion 5 ccm konz. Salzsäure hinzuzufügen.

Aus dem Kreise der Mitarbeiter war angeregt worden, es möge gleichmäßig von sämtlichen Mitarbeitern dasselbe chemisch reine Eisenoxyd für die Titerstellung verwandt werden.

Die Firma E. Merck, Darmstadt, hatte die Liebenswürdigkeit, einem jeden der Mitarbeiter 50 g chemisch reines Eisenoxyd (Ferrum oxydatum purissimum nach L. Brandt) zur Verfügung zu stellen. Die Firma E. Merck schreibt vor, dieses Präparat in bei 120° getrocknetem Zustande zur Anwendung zu bringen und eine getrennte Wasserbestimmung durch Glühen auszuführen; sie befürchtet bei dem Abwägen aus einem Wägeglaßchen keinen Einfluß durch die hygroskopische Beschaffenheit des bei 120° getrockneten Eisenoxyds.

Da die hygroskopische Beschaffenheit sich bei dem bei 120° getrockneten, wie bei dem schwach geglühten Eisenoxyd fühlbar macht, und da durch starkes Glühen das Eisenoxyd in Salzsäure schwer löslich wird, so wurde den Mitarbeitern geraten, das Eisenoxyd ohne Trocknen, also so, wie es war, zur Einwage zu bringen, eine getrennte Wasserbestimmung durch vorsichtiges Glühen auszuführen und auf diese Weise den Gehalt an Eisenoxyd der eingewogenen Titersubstanz abzuleiten. (Die Firma E. Merck, Darmstadt, ist bereit, chemisch reines Eisenoxyd in Abfüllungen von 50 g unter ihrem Siegel mit Attest ihres Kontroll-Laboratoriums für kontradiktorisches Arbeiten zu liefern.)

Bei der Untersuchung der 4 Proben Eisenerz beteiligten sich wiederum 11 Mitarbeiter.

Die erzielten Resultate sind im einzelnen bereits in dieser Zeitschrift veröffentlicht, worauf ich verweise<sup>4)</sup>.

Eine Zusammenstellung hinsichtlich des höchsten, des niedrigsten und des Mittelwertes lasse ich folgen.

	Höchster Wert %	Niedrigst. Wert %	Mittel- wert %	Aus Einzel- analysen
Ohne Fällung mit Schwefelwasserstoff:				
Grängesbergerz. . . . .	60,96	60,64	60,84	10
Nach Fällung mit Schwefelwasserstoff:				
Grängesbergerz. . . . .	60,91	60,67	60,85	8
Ohne Fällung mit Schwefelwasserstoff:				
Caënerz . . . . .	47,54	47,20	47,33	11
Nach Fällung mit Schwefelwasserstoff:				
Caënerz . . . . .	47,47	47,20	47,33	10
Ohne Fällung mit Schwefelwasserstoff:				
Calaez . . . . .	48,94	48,17	48,63	10
Nach Fällung mit Schwefelwasserstoff:				
Calaez . . . . .	48,83	48,25	48,64	9
Ohne Fällung mit Schwefelwasserstoff:				
Rostspat. . . . .	46,48	45,60	46,05	11
Nach Fällung mit Schwefelwasserstoff:				
Rostspat. . . . .	46,42	45,70	46,06	11

Diese Resultate lehren, daß unter richtiger Vorbereitung der Probe bei dem Arbeiten nach einheitlicher Methode mit Eisenoxyd als Titersubstanz — unter entsprechender Anwendung derselben — die Differenzen bei kupferfreien Eisenerzen völlig verschwinden. Die Übereinstimmung ist bei den Proben Grängesbergerz und Caënerz eine recht gute, einerlei, ob unter der Voraussetzung gearbeitet wurde, daß Kupfer vorhanden ist oder nicht.

Bei Grängesbergerz betrug die größte Abweichung bei 18 Einzelanalysen 0,32%, bei Caënerz bei 21 Einzelanalysen 0,34%.

Weniger zufriedenstellend ist das Ergebnis bei den kupferhaltigen Eisenerzen. Zunächst zeigt sich, daß — mit einer einzigen Ausnahme<sup>5)</sup> — derselbe Analytiker dieselben Werte erzielt, einerlei, ob er ohne oder unter Abscheidung von Kupfer arbeitet. Die Über-

<sup>4)</sup> Angew. Chem. 26, 512 (1913).

<sup>5)</sup> Dieser Mitarbeiter hatte gefunden, ohne und mit Abscheidung von Kupfer 65,73%—65,95%; 48,17%—48,68%; 45,66%—45,92%; also unter Abscheidung von Kupfer stets höhere Werte.

<sup>3)</sup> Preis ohne Hahn das Stück 8 M., mit Geißlerschem Hahn 10 M.

einstimmung der Zahlen im Gesamten ist dagegen nicht unbedingt zufriedenstellend; die größte Abweichung beträgt bei Calaez, bzw. Rostspat ohne Abscheidung von Kupfer 0,77, resp. 0,88%, unter Abscheidung von Kupfer 0,58, resp. 0,72%.

Bessern lassen sich die Befunde, wenn man die extremen Werte der Mitarbeiter 1 und 14 streicht, was berechtigt erscheint, da bei dem Mitarbeiter 1 in bezug auf 4 ausgeführte Untersuchungen 2 Maxima und bei dem Mitarbeiter 14 in bezug auf 8 ausgeführte Untersuchungen 5 Minima vorliegen.

Es würde dann unter Abscheidung des Kupfers die größte Abweichung bei dem Calaez auf 0,29%, bei dem Rostspat auf 0,49% zurückgehen.

Die Frage, ob bei der Untersuchung kupferhaltiger Eisenerze das Kupfer abgeschieden werden muß, ist also nicht zu einer definitiven Entscheidung gekommen<sup>9)</sup>.

Die Unterkommission hat deshalb folgenden Antrag gestellt, welcher von der Fachgruppe in Breslau zum Beschluß erhoben worden ist:

1. Die Fachgruppe für analytische Chemie nimmt Kenntnis von der seitens der Unterkommission festgelegten Arbeitsweise für die Untersuchung der Eisenerze auf Eisengehalt. Auf Grund der mitgeteilten Resultate beschließt die Fachgruppe, diese Arbeitsweise allgemein zur Annahme zu empfehlen und kurz im Verkehr als Arbeitsweise der Fachgruppe für analytische Chemie des Vereins deutscher Chemiker zu bezeichnen.

2. Eine Abscheidung des Kupfers erscheint für laufende Analysen nicht erforderlich, solange nicht neue Untersuchungen zu einer anderweitigen Regelung veranlassen.

Bei Schiedsanalysen soll es dem Schiedsanalytiker überlassen bleiben, ob er die Abscheidung des Kupfers usw. für erforderlich hält oder nicht.

Bei kontradiktorischen Analysen ist vorher zu regeln, ob ohne oder unter Abscheidung des Kupfers gearbeitet werden soll.

Wird das Kupfer mit Schwefelwasserstoff abgeschieden, so muß auch das Titermaterial in gleicher Weise behandelt werden, um den Grundsatz zu wahren, daß Titerstellung und Untersuchungen unter möglichst gleichartigen Bedingungen zur Ausführung gelangen. [A. 265.]

## Die Bestimmung des freien Ätzalkalis in Seifen.

Von E. BOSSHARD und W. HUGGENBERG.

(Aus dem Technisch-Chemischen Laboratorium der Technischen Hochschule in Zürich).

(Eingeg. 10./11. 1913.)

Größere Mengen freien Alkalis (NaOH, KOH) in Seifen auf etwa 0,1% genau zu bestimmen, bietet keine besonderen Schwierigkeiten. Wenn keine größere Genauigkeit verlangt wird, so kommt man mit den in den Lehr- und Handbüchern und in den „Einheitsmethoden zur Untersuchung von Fetten, Ölen, Seifen, Glycerin, sowie sonstigen Materialien der Seifenindustrie“ (herausgegeben vom „Verband der Seifenfabrikanten Deutschlands“, 1910) aufgenommenen Methoden vollständig aus.

Textilseifen aber sollen vollständig „neutral“ sein, und es wird z. B. in der Seidenfärberei bei einem zulässigen Gesamtgehalt an überschüssigem Alkali von 0,03 bis höchstens 0,08% NaOH auf Unterschiede von 0,015 bis 0,01% großes Gewicht gelegt.

Wenn auch zwar meist die Abnehmer sich damit begnügen, daß der Gehalt an freiem Alkali innerhalb gewisser, durch Vereinbarung festgelegter Grenzen liege, z. B. zwischen 0,05 bis 0,08%, so ist dennoch eine ebenso große Genauigkeit der Analyse erforderlich.

<sup>9)</sup> Die Abscheidung von Kupfer hat für nicht erforderlich erklärt H. Kinder für die Chemikerkommission des Vereins deutscher Eisenhüttenleute Stahl u. Eisen 28, 508 (1908); die entgegengesetzte Ansicht vertreten L. Brandt, Chem.-Ztg. 32, 830 (1908), K. Schröder, Chem.-Ztg. 32, 907 (1908) und neuerdings wieder A. Müller (nach privater Mitteilung), L. Brandt, Z. anal. Chem. 53, 1 (1914).

Es ist hier nicht weiter zu erörtern, ob diese Anforderungen an sich berechtigt seien oder nicht. Es sollen hier lediglich die bekannten Methoden zur Bestimmung des freien Alkalis in Seifen, in bezug auf ihre Zulänglichkeit nach den heute bestehenden Anforderungen, geprüft und der Versuch gemacht werden, eine neue, genaue Bestimmungsmethode aufzustellen.

Um die Menge des freien Alkalis in Seifen für sich allein bestimmen zu können, was nur in Lösung geschehen kann, muß man, abgesehen von der Ausschaltung des Einflusses etwa vorhandenen Carbonates (Silicates oder Borates), die Hydrolyse der Seife auf irgend eine Weise zu umgehen oder unwirksam zu machen versuchen. Daß dies tatsächlich gelinge, ist Grundbedingung für die Richtigkeit und Zuverlässigkeit der Methode.

Alle bestehenden Methoden lassen sich einteilen in die zwei Hauptgruppen:

Alkoholmethoden — Wässrige (Aussalz-, Fällungs-) Methoden.

Bei den erstgenannten nimmt man die hydrolysenhemmende Wirkung des Alkohols zu Hilfe (in dem auch die Carbonate unlöslich sein sollen); bei der zweiten Gruppe sucht man die Dissoziation und somit die Hydrolyse der Seife dadurch zurückzudrängen oder aufzuheben, daß man die Seife in unlöslicher Form entweder durch Aussalzen mit Kochsalz oder durch Fällen mit Bariumchlorid als Barytseife aus ihrer wässrigen Lösung auszuschcheiden versucht, nachdem sie ihr freies Alkali an diese abgegeben hat. Die Carbonate werden hier in beiden Fällen als unlösliche Barytsalze ausgeschieden.

In dem Werke von Benedikt-Ulzer<sup>1)</sup> ist noch eine ganze Anzahl der älteren Methoden zur Bestimmung des freien Alkalis in Seifen zu finden, ferner beschreibt und kritisiert P. Heermann eine Reihe solcher Bestimmungsarten in seinem Aufsatz über die „Bestimmung geringer Mengen Ätznatron und Soda in Seifen“<sup>2)</sup>. Unter demselben Titel erschien 1906 eine sehr ausführliche Abhandlung von Davidsohn und Weber<sup>3)</sup>.

Nach der allgemeinen Form der Alkoholmethode zur Bestimmung des freien und kohlensauren Alkalis in Seifen löst man die Seife in der Hitze in absolutem Alkohol, filtriert von dem zurückbleibenden Carbonat ab und wäscht den Rückstand mit absolutem Alkohol aus. Das alkoholische Filtrat wird mit  $\frac{1}{10}$ -n. Salzsäure unter Anwendung von Phenolphthalein als Indikator titriert und auf diese Weise das freie Alkali bestimmt. Im Filtrierrückstand ermittelt man durch Auflösen in Wasser und Titration mit  $\frac{1}{10}$ -n. Salzsäure (Methylorange) das vorhandene Carbonat.

Die Hauptmängel dieses Verfahrens sind folgende:

1. Kohlensaures Alkali ist in Alkohol keineswegs gänzlich unlöslich, besonders wenn die Seife stark wasserhaltig ist.

Man müßte, um diesen Fehler möglichst auszumerzen, die Seife vor der Bestimmung trocknen.

Spaeth<sup>4)</sup> ändert diese Arbeitsweise dahin, daß er die Seife bei 105° trocknet und sie darauf mit absolutem Alkohol im Soxhletapparat 6 Stunden extrahiert und dann im alkoholischen Auszug das freie Alkali durch Titrieren mit  $\frac{1}{10}$ -n. Säure (Phenolphthalein) bestimmt.

Abgesehen davon, daß dieses Verfahren sehr zeitraubend ist, kann auch die Bestimmung nie genau sein; denn die Seife absorbiert beim Trocknen an der Luft Kohlendioxyd, so daß ein Teil des freien Alkalis in Carbonat verwandelt wird, es sei denn, daß man das Trocknen unter vollständigem Luftabschluß ausführte. Selbst ein dem Trocknungsgefäß vorgelegtes Natronkalkrohr vermag die Carbonisierung nicht vollkommen aufzuhalten<sup>5)</sup>.

2. hat die Methode den Nachteil, daß stets große Mengen von Alkohol zum Lösen der Seife verwendet werden müssen, da sonst die Seifenlösungen beim Erkalten zu einer Gallerte

<sup>1)</sup> Analyse der Fett- und Wachsarten. IV. Aufl., 324 (1912).

<sup>2)</sup> Chem.-Ztg. 1904.

<sup>3)</sup> Seifensiederztg. 1907.

<sup>4)</sup> Angew. Chem. 1906.

<sup>5)</sup> Beobachtungen von Davidsohn-Weber, Seifensiederztg. 1907.