Ueber ein mikroanalytisches Verfahren, rasch die Verseifungszahl festzustellen.

Von EWALD MATTHES und HERMANN ZIEGENSPECK (Königsberg Pr.).

Die Ausführung von Verseifungen, sei es zur Darstellung von Seifen, Sapo kalimus, Seifenspiritus und so weiter, bedarf eines längeren Erhitzens des Fettes, um vollständig zu werden. Will man den Vorgang beschleunigen, so kann man die Menge der Lauge vergrössern. Aber es ist das garnicht nötig. Man kann auch mit einer einfach konzentrierteren Lauge, ohne dass die Menge des Alkalis erhöht wäre, eine leichte und glatte Verseifung erzielen.

Nach längerem Proben haben sich folgende Mengenverhältnisse als die günstigsten herausgestellt:

6 Teile Kalicausticum werden in 10 Teilen Wasser gelöst und nach der Lösung 8 bis 10 Teile Alkohol zugegeben. Zu dieser sehr konzentrierten Lauge gibt man das Öl oder geschmolzene Fett in der nach seiner Verseifungszahl berechneten Menge. Es sind das von 40 meist 30 Teile. Das Ganze befindet sich in einer Emailleschale. Auf freiem Feuer kann man nun erhitzen, bis die ersten Blasen aufsteigen, dann löscht man sofort die Flamme aus. Unter Umrühren vollzieht sich nun leicht und glatt die Verseifung.

Dieses Verfahren erlaubt es, in kürzester Zeit Sapo kalinus und Spiritus saponatus herzustellen.

Der Grund dieser ungemein leichten Verseifbarkeit liegt aber nicht sowohl in der höheren Konzentration, sondern nach der Ansicht der Verfasser in der höheren Viscosität solcher konzentrierter Laugen.

Es ist ja in der Nahrungsmittel-Chemie bekannt und allgemein angewandt, bei der REICHARD-MEISSEL-Zahl Glycerinlauge zu nehmen, was wohl auf das gleiche deutet.

Diese, von dem einen der Verfasser in der Praxis bei der Darstellung von Seifen bereits jahrelang geübte Arbeitsweise auf die Analyse der Fette anzuwenden, lag ungemein nahe und hat sich auch in einer Reihe von Versuchen bei der Zollkontrolle bewährt.

Die Arbeitsweise ist zur Bestimmung der Verseifungszahl macroanalytisch folgendermassen:

In einem Kolben werden genau 1 g Öl oder Fett eingewogen. Man fügt nun 1,5 ccm einer Lösung von Kali causticum alcohole depuratum in Wasser 6:10 zu und wägt diese Menge analytisch. Dann nimmt man den Kolben von der Wage und gibt etwa 1 ccm Alkohol zu. Durch Schwenken des Kolbens auf freier Flamme erhitzt man bis zum Kochen und nimmt alles weg.

In dieser kurzen Zeit hat sich eine leichte und glatte Verseifung vollzogen. Nach dem Erkalten setzt man 20 ccm Alkohol zu und titriert die unverbrauchte Lauge zurück. Ein blinder Versuch mit einer gewogenen Menge derselben Lauge ergibt die Menge des Säureverbrauches der Lauge, welche ganz einfach auf die zur Verseifung verwendete Gewichts-Menge Lauge umgerechnet werden kann.

Die Differenz beider Bestimmungen ist dann die zur Verseifung und Sättigung der Ester und Säuren des Fettes verbrauchte Lauge, welche in der gewohnten Weise in die Verseifungszahl umgerechnet wird.

Die Ergebnisse sind, wenn man exakt arbeitet, genau die gleichen wie bei der gewohnten Methode, nur hat dieses Verfahren den grossen Vorteil der Zeitersparnis

und der grösseren Fehlerfreiheit durch Verspritzen in den Kork des Rückflusskühlers, der vielfach einfacheren Apparatur und so weiter voraus.

Da bei Zolluntersuchungen immer eine grössere Menge von Proben vorgenommen werden, so ist der blinde Versuch auch kein Zeitverlust.

Das elegante Funktionieren dieser Methode in der Praxis brachte uns auf den Gedanken, dieses Verfahren auch in der quantitativen Microanalyse zu verwenden. Da, wo es sich um nur kleine Fettmengen handelt, wird man für eine exakte und doch rasche und einfache Methode sehr dankbar sein.

Wir arbeiten mit bestem Erfolge folgendermassen:

Ein völlig trockenes Reagenzglas wird mit genau gewogenen drei bis vier Tropfen Öl beschickt. Am besten wiegt man durch Differenz eines Behälters vor und nach Entnahme der Tropfen auf einer PREGLschen Microwage. Genau so gibt man 0,15 ccm der Kalilauge 6 plus 10 zu.

Eine ebensolche Menge Lauge wird in ein zweites Reagenzglas als blinder Versuch gewogen.

In die Reagenzgläser gibt man sechs Tropfen Alkohol und verseift auf der Flamme. Wenn Blasen aufsteigen, ist die Verseifung wie oben fertig. Nach dem Erkalten löst man die Seife in 2 ccm säurefreiem Alkohol. Dieser wurde vorher mit drei Tropfen Phenolphthalein auf 20 ccm versetzt.

Man titriert nun mit $^{n}/_{4}$ bis $^{n}/_{10}$-tel Säure. Will man die verdünnte Säure verwenden, so empfiehlt es sich, diese halb-alkoholisch anzusetzen, um die Hydrolyse der Seife zu unterbinden, auch ist ein Versetzen mit drei Tropfen Indicator angebracht, wie das ja in der Microtitration üblich ist.

Als Büretten verwendet man am besten die in der Microanalyse üblichen, welche noch leicht ein Vierzigstel ccm ablesen lassen.

Auf diese Art und Weise könnte man noch mit kleineren Mengen, etwa einem Tropfen Öl oder eines anderen Esters, eine genaue Verseifungszahl bestimmen.

Die Ergebnisse sind befriedigend.

Die vorliegende rein chemische Arbeit wurde behufs Durchführung einer pflanzenphysiologischen Aufgabe im Botanischen Institut zu Königsberg gemacht und deshalb im Botanischen Archiv veröffentlicht.

MITTEILUNG DES HERAUSGEBERS.

Das Botanische Archiv nimmt dauernd Manuskripte aus allen Gebieten der Botanik zu baldiger Veröffentlichung entgegen. Es zeichnet sich durch besondere Liberalität in der Gewährung von Abbildungen aus, wenn diese in der vorgeschriebenen Art (Tusche-Zeichnung auf durchscheinendem Papier, am besten BAYER, München, Theresienstrasse 19, Marke Bavaria) geliefert werden. - 30 Separat-Abzüge werden kostenfrei gegeben. - Die weite Verbreitung unserer Zeitschrift sichert wirkungsvollste Veröffentlichung aller Arbeiten; die Billigkeit der Herstellung und des Verkaufspreises lässt den Autoren die Möglichkeit, bei der Darstellung ihrer Ergebnisse ausführlicher zu werden, als dies anderswo gern gesehen wird.

Steindruck von A. Wilutzki, Königsberg Pr.

ZOBODAT - www.zobodat.at

Zoologisch-Botanische Datenbank/Zoological-Botanical Database

Digitale Literatur/Digital Literature

Zeitschrift/Journal: Botanisches Archiv. Zeitschrift für die gesamte Botanik

Jahr/Year: 1926

Band/Volume: 15

Autor(en)/Author(s): Matthes Ewald, Ziegenspeck Hermann

Artikel/Article: Ueber ein mikroanalytisches Verfahren, rasch die Verseifungszahl festzustellen 187-188