

## Ueber Verseifungslauge.

Von Dr. L. Maschke.

Im Benedict-Ulzer, IV. Auflage, Seite 172, steht zu lesen: »Zur Bestimmung der Verseifungszahl hält man eine genau gestellte ca.  $\frac{1}{2}$  normale Salzsäure, deren Titer auf Kalihydrat berechnet ist, und eine alkoholische Kalilauge (nicht Natronlauge, weil die Natronseifen schwerer in Alkohol löslich sind) vorrätig.«

Dagegen im Holde, Untersuchung der Mineralöle und Fette, II. Auflage, Seite 306:

»Warme Verseifung nach Köttstorfer. Natriumhydrat hat bei der Herstellung der Laugen den Vorzug, dass das beim Stehen der Laugen sich unvermeidlich, auch bei Flaschenschluss, bildende Natriumkarbonat bedeutend schwerer in starkem Alkohol löslich ist als Kaliumkarbonat.«

Was ist nun richtig?  
Ansichten hierüber sind erwünscht.

## Bestimmung des Flamm- und Brennpunktes von Schmierölen im offenen Tiegel.

(Mitteilung aus dem Kgl. Materialprüfungsamt.)

Von Dr. J. Marcusson.

Die Bestimmung des Flammpunktes im offenen Tiegel erfolgt bekanntlich zurzeit in verschiedener Weise, je nachdem dunkle Eisenbahnwagenöle oder Maschinen- bzw. Zylinderöle vorliegen. Erstere prüft man nach den Vorschriften der Preussischen Staatsbahnen in halbkugliger Sandbadschale (Treumann), letztere in

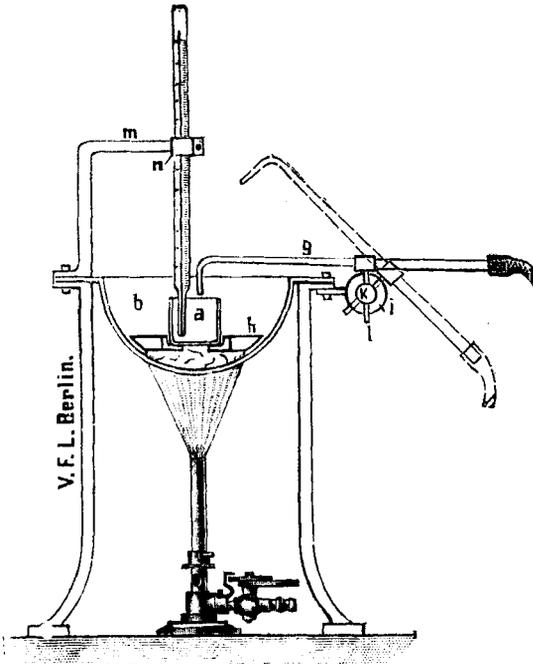


Fig. 1 und 1a.

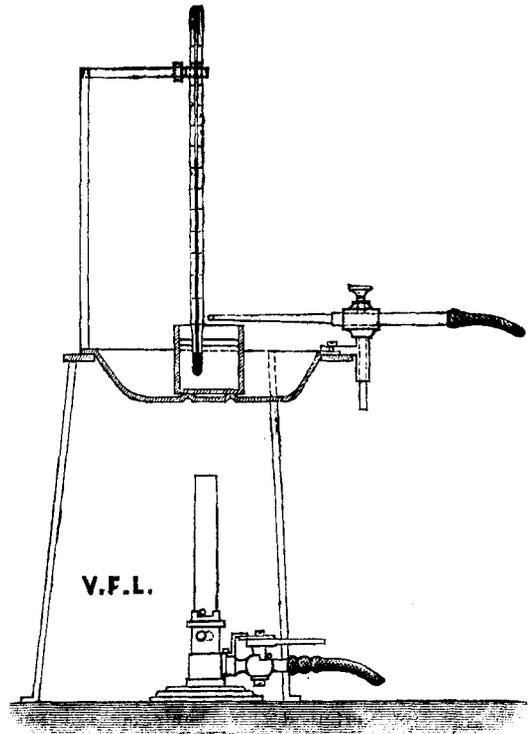
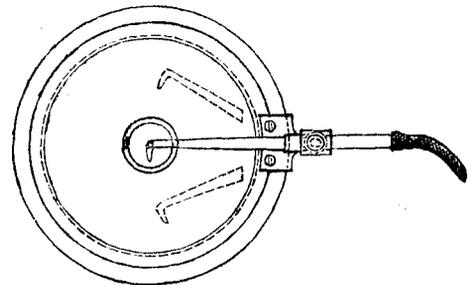
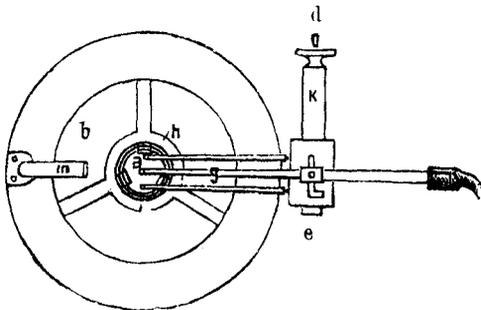


Fig. 2 und 2a.



flacher Schale (Brenken). Beiden Verfahren haften zwei erhebliche Fehler an, welche bei dem Pensky'schen Prober vermieden werden. Einerseits ist die mit der Hand vorzunehmende Führung des Zündrohrs sehr ungenau. Bei zu grosser Annäherung des Zündflämmchens wird der Flammpunkt zu niedrig, bei zu geringer zu hoch gefunden. Andererseits ist die für Erzielung zuverlässiger Werte dringend erforderliche Regelung des Temperaturanstiegs (3–5° in der Minute) bei der bisherigen Arbeitsweise ausserordentlich schwierig und kaum stets gleichmässig durchzuführen.

Um die angeführten Mängel der Flammpunktsbestimmung zu beheben, hat Verf. an den Apparaten eine einfache, mechanische Führung und sonstige Verbesserung in der Erhitzung und weiteren Anordnung vorgenommen, ohne dass die Apparate erheblich verteuert oder kompliziert werden.

1. Apparat zur Flammpunktbestimmung von Wagenölen mit mechanischer Flammenführung. Die gewählte Versuchsanordnung, bei welcher die bisherigen Abmessungen in allen wesentlichen Punkten beibehalten sind, zeigen Fig. 1 und 1a. Erstere stellt den Apparat im Längsschnitt, letztere von oben gesehen dar.

Die fest mit dem Dreifuss verbundene Schale *b* hat 1,5 cm vom Boden entfernt einen Einsatz *h*, welcher die Stellung des Tiegels *a* auf dem Sande genau festlegt. Seitlich am Rande der Schale ist ein kurzes Rohr *i* befestigt, in das ein Bolzen *e* eingepasst ist. Das Rohr hat oben und unten in der Längsrichtung einen 3 cm langen Schlitz, in dem sich ein unten mit dem Bolzen *e*, oben mit dem Zündrohr *g* fest verbundener Stift *l* bewegt. Am linken Ende biegt der Schlitz rechtwinklig um, wodurch das Zurückfallen des Zündrohrs in die punktiert gezeichnete Ruhelage ermöglicht wird. Der Bolzen *e* ist am rechten Ende mit einem Holzgriff *d* zur Führung versehen.

Die Stellung des Zündrohrs ist so gewählt, dass sich die Spitze 2,0 mm über dem Tiegelrande befindet. Beim Erhitzen von Zimmerwärme auf etwa 153° (mittlerer Entflammungspunkt der meisten Wagenöle) steigt das Oel im Tiegel um etwa 4 mm. Es befindet sich also nahe dem Entflammungspunkt nicht mehr 10, sondern nur noch etwa 6 mm vom Tiegelrande entfernt. Da die Flamme 10 mm lang ist, müsste die »Lötrohrspitze« theoretisch 6,5 mm vom Tiegelrande entfernt sein, wenn die »Flammenspitze« vorschriftsmässig dem Oel auf 2–3 mm genähert werden soll. Erfahrungsgemäss wird aber die Flamme bei Annäherung an die heisse Oeloberfläche durch die aufsteigenden Oeldämpfe seitlich abgelenkt. In Rücksicht hierauf darf, wie durch eingehende Versuche ermittelt wurde, die Lötrohrspitze vom Tiegelrande nur 2,0 mm entfernt sein, wenn der Vorschrift Genüge geleistet werden soll.

Das Thermometer wird am Arm *m* durch die Klemme *n* ohne besonderes freies Stativ festgehalten. Zur Ausführung der Prüfung dreht man zunächst den Bolzen *e* mittels des Griffes *d* nach vorn, so dass das Zündrohr in die horizontale Lage kommt, bewegt ihn in dem Schlitz einmal hin und zurück und lässt dann den Griff los. Das Zündrohr fällt von selbst in die punktierte Lage zurück.

Durch die mechanische Führung ist 1. die Entfernung der Flamme vom Oel genau bestimmt, 2. der Weg, den das Zündrohr zu nehmen hat, genau festgelegt. Das Zündrohr nähert sich den inneren Tiegelwandungen nur bis auf etwa 10 mm, so dass ein zu frühes Aufflammen des Oeles infolge Ueberhitzung an den Tiegelwandungen sicher vermieden wird.

2. Apparat zur Bestimmung des Flamm- und Brennpunktes von Maschinen- und Zylinderölen mit mechanischer Flammenführung. Bei diesem Apparat lässt sich die mechanische Führung noch einfacher als bei obigem gestalten. Die Versuchsanordnung zeigen Fig. 2 und 2a. Das Lötrohr ist fest mit einem Stift verbunden, der in einer senkrechten Büchse drehbar ist. Verschiebung des Lötrohrs ist nur in der Ebene des Tiegelrandes, nicht nach oben oder unten möglich. Um eine stets gleichmässige Führung der Flamme zu erreichen, ist es daher nur erforderlich, das hintere Ende des Lötrohrs nach links oder rechts zu drehen. Damit die strahlende Hitze des Brenners vom Beobachter und von der mechanischen Führung abgehalten wird, ist der Dreifuss oben teilweise mit Asbest umgeben. Hierdurch wird gleichzeitig eine leichtere Regelung des Wärmeanstiegs ermöglicht, da infolge Abhaltung von Zugluft die Flamme gleichmässiger brennt. Die Stellung des Tiegels ist durch drei kleine auf dem Boden der Sandbadschale befindliche Erhöhungen bestimmt.

3. Regelung des Wärmeanstiegs. Wie schon oben hervorgehoben, ist die Erzielung zuverlässiger Werte bei der Flammpunktsbestimmung im Tiegel auch wesentlich von der Art des Wärmeanstiegs abhängig, der 2–5° in der Minute betragen soll. Die Innehaltung dieser Grenzen ist bei Benutzung der gewöhnlichen Brenner schwierig und erfordert sehr grosse Aufmerksamkeit. Leichte und sichere Regelung wird dagegen bei Benutzung eines mit Einteilung versehenen Regulierbrenners (siehe Fig. 1 und 2) ermöglicht. Hat man mit einem solchen in einigen Fällen den Wärmeanstieg geregelt und dabei die einzelnen Einstellungen an der Einteilung vermerkt, so ist es leicht, bei späteren Bestimmungen an der gleichen Prüfungsstelle immer annähernd denselben Anstieg zu erreichen. Die Abweichungen von dem vorgeschriebenen Wärmeanstieg lassen sich so auf ein Minimum reduzieren.

Bei Benutzung der mechanischen Führung stimmen die Einzelwerte der Flamm- und Brennpunktsbestimmung erheblich besser als ohne die Führung untereinander.

Der Vorteil der mechanischen Führung wird sich besonders bei der Untersuchung von Ölen an verschiedenen Prüfungsstellen geltend machen, die nunmehr bei festgelegter Stellung der Zündflamme eher ein gleichmässiges Arbeiten erwarten können.

Die Apparate werden von den »Vereinigten Fabriken für Laboratoriumsbedarf«, Berlin N., angefertigt.

(Chemiker-Zeitung 1906, Nr. 95.) Z.

## BERICHTE.

### Wissenschaftliches:

Ueber die Trennung der Fettsäuren des Dorschlebertrans. Von H. Bull. Um eine möglichst scharfe Trennung durch die Destillation herbeizuführen, wurde bei derselben ein Dephlegmator angewendet. Kolben und Hals des Apparates sind etwa 80 cm hoch; beide

sind in ein Gehäuse aus Asbestplatten eingebaut und werden von den Verbrennungsgasen des Bunsenbrenners umströmt und heiss gehalten. Der Kautschukstopfen des Kolbens trägt Thermometer, Einfül trichter (reichlich kapillar ausgezogen bis in den Kolben) und den Kühler aus Silber. Dieser besteht aus dem äusseren, unten abgeschlossenen Gehäuse und dem eigentlichen Kühler, der