

Badische Landesbibliothek Karlsruhe

Digitale Sammlung der Badischen Landesbibliothek Karlsruhe

Zur Kenntnis der Thrane und des Walrathöles

Halperin, Isaak

Karlsruhe, 1895

Darstellung der Physetölsäure

[urn:nbn:de:bsz:31-275723](https://nbn-resolving.org/urn:nbn:de:bsz:31-275723)

Darstellung der Physetölsäure.

900 g Walrathöl wurden mit 560 ccm Kalilauge vom spez. Gewicht 1,210 (25° Bé = 23,3 % KOH) in einem Kessel aus Gusseisen 12 Stunden im schwachen Sieden erhalten. Es bildete sich eine bräunlich-gelb gefärbte Seife, die sich nicht klar in heissem Wasser löste. Zu ihrer Reinigung wurde 10prozentige Kochsalzlösung in den Kessel gegeben und die Masse 12 Stunden zur Abkühlung und Klärung sich selbst überlassen.

Die abgesetzte Lauge wurde mittels eines Hebers entfernt, von neuem Kochsalzlösung zugegeben und der Prozess wiederholt. Darauf wurde die Seife in heissem Alkohol gelöst, filtrirt, der überschüssige Alkohol abdestillirt, der Rückstand mit Wasser verdünnt und Ammoniak und 20prozentige Bleizuckerlösung zugegeben. Es bildete sich ein weisser, flockig zusammengeballter Niederschlag. Die Masse blieb mehrere Stunden stehen bis die Bleiseife vollständig sich abgesetzt hatte, wurde darauf filtrirt und die Bleiseife mit kaltem Wasser mehrfach gewaschen. Das so gewonnene überaus voluminöse Produkt, welches schwer in der Kälte zu entwässern war, wurde unter Umrühren erwärmt, wobei die Seife als eine dichte, fadenziehende Masse sich vom Wasser trennte.

Diese Bleiseife wurde durch andauerndes Schütteln mit Aether emulsionirt. Beim Stehen schieden sich aus dieser Emulsion die Bleisalze der festen Fettsäuren in unlöslicher Form am Boden ab, während das öl-saure bzw. physetölsaure Bleioxyd in Aether gelöst blieb. Die ätherische Lösung wurde mittelst eines Hebers sorgfältig abgezogen und der unlösliche Rückstand wiederholt von neuem derselben Operation unter-

worfen bis der Aether nichts mehr aufnahm. Aus dem vereinigten Aetherauszuge wurde der Aether abdestillirt und das Bleisalzgemisch mit Salzsäure vom spez. Gewicht 1,085 bei 15° C. zersetzt. Die sich auscheidenden Fettsäuren wurden abgegossen, vom Bleichlorid und Salzsäure durch Auswaschen befreit und mit Ba Cl_2 und $\text{NH}_4\text{.OH}$ in der Kälte in Barytsalze übergeführt. Das Barytsalzgemisch bildet einen schwammigen, flockigen Niederschlag von gelblich-weisser Farbe. Es wurde auf dem Filter mit kaltem Wasser gut gewaschen und in einer Porzellanschale auf 40° C. erwärmt; dabei verlor die Masse rasch ihre flockige, schwammige Konsistenz und ballte sich unter Wasserabscheidung zu einer festen Masse zusammen, indem sie sich gleichzeitig oberflächlich bräunte. Zur Entfernung des noch vorhandenen Wassers wurde die Masse in Leinwandbeutel ausgepresst und im Vacuum über Schwefelsäure getrocknet. Um das dem getrockneten Barytsalze anhaftende Walrath, Aethyl, Cholesterin und die während des Reinigungsprozesses durch die Einwirkung der Luft gebildeten Oxyfettsäuren zu entfernen, wurde das unlösliche Barytsalz mit kaltem Aether erschöpft und nachdem der anhaftende Aether durch Erwärmen entfernt war, wiederholt mit 96 % Alkohol am Rückflusskühler auf dem Wasserbade ausgekocht und die Flüssigkeit heiss filtrirt. Der im heissen Alkohol unlösliche Rückstand bildete eine bräunliche klebrige Masse, die beim Erkalten gelblich weiss und sehr hart wurde (A). Aus den vereinigten alkoholischen Auszügen schied sich ein weisses Krystallpulver aus, das in einer Kohlen-säureatmosphäre abfiltrirt, mit kaltem Alkohol gewaschen, im Vacuum über Schwefelsäure getrocknet und nochmals aus absolutem Alkohol umkrystallisirt

wurde, wobei eine kleine Menge des Salzes unlöslich im absoluten Alkohol zurückblieb. Offenbar war keine quantitative Scheidung erfolgt sondern es lag ein Gemisch von alkoholleicht- und schwerlöslichen Körpern vor. Zum schwerst löslichen Antheil gehörte anscheinend der phisetölsaure Baryt, welcher dementsprechend in grösserer Menge im Rückstande, in kleinerer im löslichen Antheil aufgefunden wurde. Das alkohollösliche Baryumsalz auf einer Glasplatte erhitzt gibt keinen Fetttropfen.

Im Ganzen wurde auf diese Weise auf 900 g Walrathöl 15 g dieses Barytsalzes erhalten, welches bei der Analyse die folgende Zusammensetzung zeigte.

I. 0,4407 g Substanz, im Platintiegel verbrannt und mit H_2SO_4 in $BaSO_4$ übergeführt, gaben 0,156 g $BaSO_4$, entsprechend 0,09171 g Ba.

II. 0,544 g Substanz gaben 0,1913 g $BaSO_4$, entsprechend 0,11246 g Ba oder in Procenten:

	Physet. Baryt	Oelsaur. Baryt	
	gefunden	$(C_{16}H_{29}O_2)_2Ba$	$(C_{18}H_{33}O_2)_2Ba$
I % Ba	20,81	21,3	19,44
II „	20,67	„	„

Elementaranalyse des Salzes.

I. 0,261 g Substanz lieferten 0,552 g CO_2 und 0,2165 g H_2O , entsprechend 0,1505 g C. und 0,02405 g H.

II. 0,2509 g Substanz lieferten 0,5292 g CO_2 und 0,2112 g H_2O , entsprechend 0,1443 g C und 0,0279 g H.

Der gefundenen Kohlenstoffmenge müssen 1,79% zugerechnet werden, die als $BaCO_3$ im Schiffchen zurückblieben.

Es ist also in Procenten:

	gefunden		Physet. Baryt	Oelsaur. Baryt
	I	II	$(C_{16}H_{29}O_2)_2Ba$	$(C_{18}H_{33}O_2)_2Ba$
% C	59,47	59,32	59,72	61,8
„ H	9,21	9,35	9,02	9,57
„ Ba	20,74	20,74	Mittel 21,31	19,44
„ O	10,58	10,59	9,95	9,19
	100,00%	100,00%	100,00%	100,00%

Die gefundenen Zahlen sprechen dafür, dass das Bariumsalz die Zusammensetzung des physetölsauren Baryts $(C_{16}H_{29}O_2)_2Ba$ besitzt.

Untersuchung der Physetölsäure.

Das im Vacuum getrocknete Barytsalz wurde mit Weinsäure zersetzt, die Fettsäure mit Aether zweimal extrahirt, die ätherische Lösung mit Hülfe eines Scheidetrichters von der wässrigen Lösung getrennt, mit kaltem Wasser mehrmals geschüttelt, um die in der ätherischen Lösung gebliebene überschüssige Weinsäure und weinsauren Baryt zu entfernen, der Aether abdestillirt und die Fettsäure im Trockenkasten bei $105^{\circ}C$ getrocknet.

Es wurde im Ganzen 7,5 g Fettsäure erhalten. Diese Fettsäure ist geruchlos, hellgelb gefärbt und hat einen Schmelzpunkt von $20^{\circ}C$.

Verseifungszahl (Säurezahl) der Säure.

gefunden		Physetölsäure	Oelsäure
		$(C_{16}H_{30}O_2)$	$(C_{18}H_{34}O_2)$
I. 210,2	} Mittel = 210,33	220,4	195
II. 210,45			