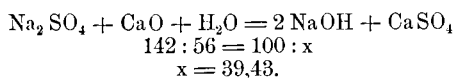


dürfte wohl nachstehende Erklärung zutreffend sein: Durch den Ätzkalk wird ein Theil des Ammoniaks frei und bewirkt dieses dabei die Umsetzung des Natronsulfats und Ätzkalkes zu Ätznatron und schwefelsaurem Kalk, welcher Vorgang bei gewöhnlichen Verhältnissen nicht vor sich geht.

Zur vollständigen Auslaugung des Ferrocyan brauchte ich durchschnittlich dieselbe Menge Natronsulfat, wie Ferrocyanalkalium in der Gasmasse enthalten war, und darnach konnte ich die Menge des nöthigen Ätzkalkes berechnen:



100 Th.  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  brauchen 39,43 Th.  $\text{CaO}$ , welche Menge jedoch in der Praxis zu vergrössern ist. Obzwar ich bei normalen, gebrauchten Gasreinigungsmassen sogar mittels Ätzkalk und Kochsalz günstige Resultate erhielt, vermochte ich bei solchen, die längere Zeit lagerten, eine vollständige Auslaugung nicht zu erzielen.

Behufs rascherer Auslaugung wurde Sulfocyan und Ferrocyan gleichzeitig gelöst und die gewonnene Lauge durch fractionirte Fällung auf Berlinerblau und Rhodansalze verarbeitet. Es wurde dies bereits oben angeführte Verfahren mit Kalk und Sulfat für gleichzeitiges Auslaugen angewendet, nur mit dem Unterschiede, dass für das Ammoniak des Sulfocyanammonium noch die entsprechende Kalkmenge berücksichtigt werden musste.

Durch diese Auslaugung machte ich bei mehreren Gasmassen die Wahrnehmung, dass die Massen mehr Sulfocyan lieferten, als bei einfachem Auslaugen mit Wasser. Es scheint somit, dass das Rhodan sich zum Theil auch in wasserunlöslicher Form vorfindet, und es wäre interessant, diese Erscheinung weiter zu verfolgen. Nachstehende Tabelle gibt einige Unterschiede im Sulfocyangehalte an bei Wasserbehandlung und bei alkalischer Auslaugung.

Das Sulfocyan ist als HCNS berechnet.

Masse aus	Gelöst mit	
	1. Wasser Proc. HCNS	2. Alkali Proc. HCNS
Mainz . . . . .	3,56	5,98
Zürich . . . . .	2,56	2,85
Hanau . . . . .	3,72	4,402
Pforzheim . . . .	3,56	5,98

Endlich sei betont, dass durch alkalische Auslaugung bei nicht genügender Vorsicht grosse Mengen Schwefel in die Laugen übergehen und Polysulfurete bilden, welche bei der weiteren Verarbeitung störend wirken.

Die gleichzeitige Auslaugung beider Cyan-

verbindungen wurde in einem stehenden schmiedeeisernen Kessel mit Rührwerk durchgeführt. Durch ein schwaches Rohr wurde Dampf eingeleitet. Durch Anwendung einer Luftpumpe wurde die Luft aus dem Kessel gesaugt und die Flüssigkeit erreichte bald die entsprechende Temperatur. Das frei werdende Ammoniak saugte die Pumpe in einer Richtung aus dem Kessel ab, während sie dasselbe in der anderen Richtung in ein Säuregefäss trieb. Zwischen der Pumpe und Vacuum war ein Kühlapparat zur Abscheidung der heissen Wasserdämpfe eingeschaltet.

Nach mehrstündiger Arbeit ist die Masse ausgelaugt und der gesammte Inhalt wird bei 0,25 bis 0,5 Atm. Druck in ein Klärgefäss gedrückt. Die klare Flüssigkeit wird verarbeitet, während der Satz zum Abpressen gelangt, wozu allerdings ein Filtrationsapparat vor jeder Filterpresse vorzuziehen ist. Ist die Lauge abgepresst, so wird nachgewaschen und das Waschwasser abermals zur Auslaugung einer frischen Masse benützt.

## Beitrag zur maassanalytischen Zinkbestimmung.

Von

A. Voigt.

In den meisten Laboratorien, in denen Zinkbestimmungen zur Tagesordnung gehören, wird wohl das Schaffner'sche Verfahren, d. h. die titrimetrische Zinkbestimmung mittels Schwefelnatrium, angewendet. Dasselbe liefert bekanntlich bei getreuer Innehaltung aller gebotenen Vorsichtsmaassregeln — und deren sind nicht wenige — für die Bedürfnisse der Praxis genügend übereinstimmende Zahlen, nur hat es den einen Nachtheil, dass es in Folge der absolut nöthigen doppelten Ausfällung des Eisens, des nachhaltigen Auswaschens u. s. f. ziemlich viel Zeit und Mühe erfordert. In Folge dessen möchte ich ein Verfahren in Erinnerung bringen, welches im Stande sein dürfte, dasjenige von Schaffner theilweise zu ersetzen, da es zum mindesten ebenso brauchbare und übereinstimmende Zahlen liefert, dabei aber eine Zeitersparniss von mehr als 50 Proc. gestattet und von der denkbar einfachsten Ausführung ist, so dass etwaige Fehlerquellen leicht auf ein Minimum beschränkt werden können.

Es ist dies die maassanalytische Bestimmung des Zinks mittels Ferrocyanalkalium in

ammoniakalischer Lösung, zu deren Ausführung man wie folgt verfährt.

Die Probe, sei es Zinkblende, Galmei, zinkische Abfälle, wie Räumasche u. dergl., wird in Salzsäure gelöst, mit etwas Salpetersäure oxydirt und darauf mit etwa 100 bis 150 cc Wasser in ein Titirglas gespült. In diese Lösung trägt man, je nach der vorhandenen Menge an Eisen, 5 bis 10 g weinsaures Kalium ein, um dasselbe in Lösung zu halten, versetzt mit Ammoniak bis eben alkalisch — was man sehr leicht an dem plötzlichen Farbenumschlag von Gelb in Weiss erkennt — und verdünnt mit Wasser bis zu etwa 250 cc Gesamtflüssigkeit. Man lässt jetzt titirte Ferrocyaniumlösung aus einer Bürette unter stetem Umrühren zufließen. Zur Erkennung der Endreaction tüpfelt man conc. Essigsäure auf eine weisse Porzellanplatte, nimmt von Zeit zu Zeit mit dem Rührstabe einen Tropfen der Titrationsflüssigkeit und vereinigt denselben mit einem Tropfen der Essigsäure. Sobald bleibende Blaufärbung eintritt, ist die Titration beendet und ist diese Reaction äusserst scharf und sehr leicht zu erkennen.

Die Ferrocyaniumlösung bereitet man sich durch Auflösen von etwa 46 g reinem käuflichen Ferrocyanium in Wasser, lässt einige Tage absetzen, filtrirt und verdünnt zum Liter. Zur Titerstellung verwendet man eine reine salzsaure Zinkoxydlösung von 12,461 g ZnO im l. Man misst von dieser Lösung mit der Pipette 10 cc ab, verdünnt etwa bis 150 cc, versetzt mit 5 g weinsaurem Kalium, fügt einige Tropfen Eisenchlorid hinzu, macht schwach alkalisch, bringt schliesslich das Ganze auf etwa 250 cc bez. auf dasjenige Flüssigkeitsvolumen, wie man es bei Ausführung der Analysen anzuwenden pflegt, und titirt; die Endreaction wird wie oben durch Essigsäure nach der Tüpfelmethode ermittelt. Bedingung für das scharfe Eintreten derselben und für Bildung einer schönen blauen Farbe ist ein möglichst geringer Überschuss an freiem Ammoniak, andernfalls ist die Farbe graugrünlich und undeutlich. Hat man auf diese Weise mehr oder weniger als 10 cc des Ferrocyaniums gebraucht, so stellt man seine Lösung durch Verdünnen oder Verstärken in bekannter Weise. Es entspricht dann 1 cc einem Procent Zink.

Wie ersichtlich, gehört zu einer solchen Zinkbestimmung viel weniger Zeit, als bei Anwendung von Schwefelnatrium; sie ist auch in den meisten Fällen anwendbar, nur gibt sie bei Anwesenheit von viel Mangan zu hohe Resultate, während Blei nicht nachtheilig wirkt, da es nicht mitgefällt wird.

Nachstehende Beleganalysen zeigen, dass sich die Differenzen nur da über 1 Proc. erheben, wo entweder Mangan oder Blei als störende Begleiter auftreten; im ersteren Falle wende ich die Schaffner'sche Methode zur Zinkermittelung an, indem ich das Mangan aus der ammoniakalischen Lösung mit Bromwasser ausscheide, bei Gegenwart von Blei führt jedoch die Anwendung von Ferrocyanium leichter und sicherer zum Ziele.

Bezeichnung	Mit Ferro- cyan- kalium	Mit Na <sub>2</sub> S	Bemerkungen
Galmeisorten	Zinkproc	Zinkproc.	
1	37,4	38,7	bleihaltig
2	19,0	19,5	"
3	15,7	15,2	manganhaltig
4	18,7	16,6	"
5	16,99	16,80	"
6	16,6	16,6	"
7	9,5	9,3	"
8	27,9	27,8	"
9	24,70	24,67	"
10	11,05	10,68	"
Zinkische Abfälle			
1	2,07	1,99	"
2	3,3	3,13	"
3	5,2	5,10	"
4	7,03	7,25	"
5	5,60	5,09	"
6	5,80	5,70	"
7	7,74	7,80	"
8	38,67	38,64	"
Blendesorten			
1	27,9	27,3	"
2	31,0	30,8	"
3	30,3	29,7	"
4	51,7	52,6	"
5	19,9	19,8	"
6	27,6	27,4	"
7	34,4	33,97	"
8	36,3	36,69	"
9	31,5	32,1	"
10	35,3	36,4	bleihaltig
11	35,7	36,5	"

Will man von dieser Methode bei genaueren Untersuchungen, wie Kaufproben u. dgl. keinen Gebrauch machen, so ist es doch ein sehr schätzbares Mittel zur Selbstcontrolirung, während es mir für die täglichen Betriebsanalysen schon unentbehrlich geworden ist.

Es ist nöthig, den Titer von Zeit zu Zeit zu controliren.

## Beitrag zur Untersuchung der Fette.

Von

Dr. Wilh. Thörner.

Mittheilung aus dem städt. Untersuchungsamt und der amtlichen Controlstation Osnabrück.

Zur Aufklärung der Zusammensetzung eines Fettproductes war eine sehr eingehende chemische und physikalische Untersuchung einiger Talg- und Fettproben nothwendig. Da die hierbei erzielten Resultate vielleicht auch für weitere Kreise Interesse haben, so mögen dieselben hier folgen.

### Öl- oder Fettsorte

Brechungsindex bei 60°

(Wasser, zur Controle bestimmt	1,3287)
Hammeltalg . . . . .	1,4504
Rindertalg . . . . .	1,4527
Schweineschmalz . . . . .	1,4539
Palmöl (roh) . . . . .	1,4501
Palmkernöl . . . . .	1,4435
Gemisch 1 Thl. Rindertalg und	
1 Thl. Palmkernöl . . . . .	1,4468
Baumwollsaamenöl . . . . .	1,4570
Olivöl . . . . .	1,4548
Butterfett, ausgeschmolzen . .	1,4477

Weitere Fette standen mir gerade nicht zur Verfügung, ich würde sonst die Untersuchung noch weiter ausgedehnt haben, doch glaube ich schon aus den vorstehenden

	Hammel- talg Proc.	Rinds- talg Proc.	Schweine- schmalz Proc.	Palmöl roh Proc.	Palmkern- öl Proc.	Gemisch von Rindertalg und Palmkernöl 1:1 Proc.
Schmelzpunkt des Fetts . . . . .	55,0	48,0	37,5	25,0	28,0	29,0
- der Fettsäuren . . . . .	49,0	43,0	29,0	46,0	15,0	20,0
Erstarrungspunkt d. Fetts . . . . .	41,0	35,0	28,0	38,0	26,0	28,5
Spec. Gewicht bei 100° . . . . .	0,8580	0,8585	0,8605	0,8605	0,8665	0,8630
Asche . . . . .	0,1	0,04	0,03	0,03	—	—
Flüchtige Fettsäuren entspr. $\frac{1}{10}$ Alk. .	0,4 cc	0,4 cc	0,4 cc	0,22 cc	2,3 cc	2,0 cc
Jodzahl des Fetts . . . . .	32,7	41,8	50,5	53,9	14,9	27,2
- der Fettsäuren . . . . .	29,2	37,7	42,4	43,8	16,3	26,6
Verseifungswerth . . . . .	195,2	201,3	195,2	201,3	231,0	214,2

Die Thierfettproben waren im Laboratorium selbst ausgeschmolzen und sämtliche Fettproben vor Anstellung der Versuche umgeschmolzen und filtrirt.

Bei dieser Gelegenheit habe ich auch die Brechungsindizes der vorstehenden Fette, sowie auch einiger Öle und des Butterfettes bestimmt. Zu diesen Bestimmungen, welche bei genau 60° ausgeführt wurden, benutzte ich das neue Refractometer von Dr. Pulfrich, angefertigt von Max Wolz, Bonn, welches ich allen Collegen als sehr handlich, praktisch und genau zu ähnlichen genauen Untersuchungen bestens empfehlen kann. Das Brechungsprisma ist bei diesem Apparat mit einem zur Aufnahme der zu untersuchenden Flüssigkeit bestimmten und mit Thermometer ausgerüsteten kleinen Glaszylinder versehen und auf einem leicht zu entfernenden und durch Anziehen einer Schraube sicher wieder einzufügenden Hohlreikant fest justirt. Dieser Apparatentheil wurde bei den Versuchen von dem Refractometer entfernt und, nachdem der Cylinder mit dem zu prüfenden Fett beschickt war, in einem Trockenschrank auf etwa 70° erwärmt. Dann wurde der Hohlreikant dem Apparat wieder eingefügt, die Druckschraube angezogen und bei genau 60° des Prismethermometers der Brechungswinkel abgelesen. Es wurden so die folgenden Werthe gefunden:

Resultaten schliessen zu dürfen, dass diese einfache und schnell auszuführende Methode besonders, wenn es sich darum handelt, zwei Producte mit einander zu vergleichen oder die Identität eines Fettes festzustellen, wohl geeignet ist, Anhaltspunkte zu geben. Es wäre zweckmässig, die Temperatur von 60°, bei welcher wohl alle Fette vollständig geschmolzen sind, diesen Bestimmungen ein für alle Mal zu Grunde zu legen.

## Untersuchung des Wassers aus dem Germania-Brunnen zu Schwalheim in Hessen.

Von

Dr. Wilh. Thörner.

Mittheilung aus dem städt. Untersuchungsamt und der amtlichen Controlstation Osnabrück.

Das Wasser entquillt der Erde mit einer Temperatur von 10°, ist vollständig klar und farblos und besitzt bei 15° ein spec. Gewicht von 1,0021. In 1 l desselben sind enthalten in normalem Zustande: