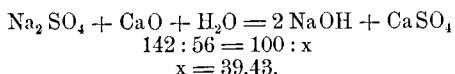


dürfte wohl nachstehende Erklärung zutreffend sein: Durch den Ätzkalk wird ein Theil des Ammoniaks frei und bewirkt dieses dabei die Umsetzung des Natronsulfats und Ätzkalkes zu Ätnatron und schwefelsaurem Kalk, welcher Vorgang bei gewöhnlichen Verhältnissen nicht vor sich geht.

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



100 Th.  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  brauchen 39,43 Th. 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 einfacherem 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 Sulfocyanangehalte 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 benutzt.

### 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 nötigen 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 Zeitsparniss 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 Ferrocyanalium 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 oxydiert und darauf mit etwa 100 bis 150 cc Wasser in ein Titrirglas 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 Gesammtflüssigkeit. Man lässt jetzt titrirt Ferrocyanikaliumlösung aus einer Bürette unter stetem Umrühren zufließen. Zur Erkennung der End-reaction 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 Ferrocyanikaliumlösung bereitet man sich durch Auflösen von etwa 46 g reinem käuflichen Ferrocyanikalium in Wasser, lässt einige Tage absetzen, filtrirt und verdünnt zum Liter. Zur Titerstellung verwendet man eine reine salzaure 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 titriert; 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 Ferrocyanikaliums gebraucht, so stellt man seine Lösung durch Verdünnen oder Verstärken in bekannter Weise. Es entspricht dann 1 cc einem Prozent 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 ersten 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 Ferrocyanikalium 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	"
Blendedsorten			
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 Selbst-controlirung, während es mir für die täglichen Betriebsanalysen schon unentbehrlich geworden ist.

Es ist nötig, den Titer von Zeit zu 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 Fettproducts 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.

	Hammel-talg Proc.	Rinds-talg Proc.	Schweine-schmalz Proc.	Palmöl Proc.	Palmkern-öl Proc.	Gemisch von Rindstalg und Palmkernöl 1:1 Proc.
Schmelzpunkt des Fets . . . . .	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. Fets . . . . .	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 entsp. $\frac{1}{10}$ Alk. . . . .	0,4 cc	0,4 cc	0,4 cc	0,22 cc	2,3 cc	2,0 cc
Jodzahl des Fets . . . . .	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
Verseifungswert . . . . .	195,2	201,3	195,2	201,3	231,0	214,2

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

Bei dieser Gelegenheit habe ich auch die Brechungsexponenten der vorstehenden Fette, sowie auch einiger Öle und des Butterfetts 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 Glascylinder versehen und auf einem leicht zu entfernenden und durch Anziehen einer Schraube sicher wieder einzufügenden Hohldreikant fest justirt. Dieser Apparathentheil 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 Hohldreikant dem Apparat wieder eingefügt, die Druckschraube angezogen und bei genau 60° des Prismenthermometers der Brechungswinkel abgelesen. Es wurden so die folgenden Werthe gefunden:

Öl- oder Fettsoarte	Brechungsexponent 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
Baumwollsamenöl . . . . .	1,4570
Olivenoöl . . . . .	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

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: