

für den Normalfaktor von Salzsäure

0,1095	durch Titration des ausgeschiedenen Jodes mit Thiosulfat
0,1092	
0,1094	Fällung als Silberchlorid
0,1093	

für den Normalfaktor von Schwefelsäure

1,037	durch Titration des ausgeschiedenen Jodes mit Thiosulfat
1,039	Fällung als Bariumsulfat,

durch welche Zahlen die Brauchbarkeit der Methode erwiesen ist.

Bequemer noch ist es, wenn man sich ein für alle Mal eine $\frac{1}{10}$ N.-Kaliumjodatlösung bereitet, welche 3,5575 g KJO_3 im Liter enthält und für jede Bestimmung einen gemessenen Theil derselben verwendet.

Für die Jodometrie, wo es nicht darauf ankommt, dass die Kaliumjodat-jodidlösung neutral ist, kann man sich auch durch Auflösung einer genau gewogenen Menge Jodes in überschüssiger reiner Kalilauge und Verdünnung auf ein bestimmtes Volum eine Lösung bereiten, aus welcher durch Zusatz von überschüssiger Salzsäure die gesamte Jodmenge wieder frei wird. Eine solche „jodirte Kalilauge“ hat vor der zur Titerstellung des Thiosulfates gebräuchlichen Lösung von Jod in Jodkaliumlösung den Vortheil, dass sie sich, wenn sie stark alkalisch reagirt, ohne Jodverlust aufbewahren lässt.

Deutsche Staatsgewerbeschule Brünn. 30. Mai 1890.

Bestimmung des Zinkes und Stickstoffes in imprägnirten Eisenbahnschwellen.

Von

A. Grittner.

Bei der Untersuchung der giftigen Einwirkungen der Zinksalze auf Pflanzen bestimmten Nobbe, Baessler und Will (Landw. Vers. 1884 S. 381) das Zink in der durch Zerstörung mit Salzsäure und chlorsaurem Kali erhaltenen Lösung. Nach Abscheidung der Kieselsäure und des Eisens wurde das Zink mit Schwefelwasserstoff gefällt, das Schwefelzink in Säure gelöst und das zweite Mal mit kohlensaurem Natron gefällt.

Lechartier und Bellamy (C. r. 84 S. 687) bestimmten das Zink in der menschlichen Leber durch Verkohlen der getrockneten Probe mit Schwefelsäure. Die erhaltene Kohle wurde mit Salpetersäure gekocht und aus dem Filtrat nach Oxydation durch Chlor das Eisen mit Ammoniak gefällt und im Filtrat das Zink durch Schwefelwasserstoff zur Fällung gebracht. Bei Pflanzen

wurde die Probe ohne Säure verkohlt, dann ebenso behandelt. Bei der Untersuchung imprägnirter Eisenbahnschwellen kann dieses Verfahren keine richtigen Resultate geben, da aus dem verkohlten Holze das Zink sich nicht vollständig ausziehen lässt, und man den Rest des Zinkes erhält, wenn die mit Säure behandelte Kohle im Muffelofen verbrannt wird.

Zur Bestimmung des Zinkes in imprägnirten Eisenbahnschwellen lassen sich zwei Wege einschlagen. Nach dem einen mengt man das fein gebohrte oder geraspelte Holz mit Soda und Salpeter, nach dem anderen wird das Holz ohne jede Beimengung über einem Bunsenbrenner bei dunkler Rothglühhitze in einer Platinschale verbrannt. Nach dem ersten Verfahren ist die Verbrennung viel rascher, aber die Kohle verbrennt nie vollständig, so dass man genötigt ist, die unverbrannte Kohle nach dem Behandeln mit Essigsäure das zweite Mal zu verbrennen.

Bei der Bestimmung des Zinkes verfahre ich daher auf folgende Weise. 10 g der feinen Bohrspäne werden im Porzellanmörser zerrieben, hierauf mit 5 g Soda und 2 bis 3 g Salpeter gemengt, behutsam in einer Platinschale verkohlt, damit in Folge der schnellen Verbrennung nicht einzelne Theile fortgerissen werden. Nachdem die Verbrennung beendet ist, wird mit Essigsäure ausgelaugt, filtrirt, die unverbrannte Kohle sammt Filter in die Platinschale zurückgegeben und jetzt vollständig verbrannt. Die verbleibende Asche wird in Essigsäure gelöst und zum ersten Filtrat filtrirt. Oder das Holz wird für sich allein vollständig verascht. Die Asche löst man in Essigsäure und filtrirt, zum Filtrat setzt man einige Tropfen Natriumacetatlösung und fällt in beiden Fällen durch Schwefelwasserstoff. Der Niederschlag wird 12 Stunden absitzen gelassen, hierauf durch gutes dichtes Papier abfiltrirt, weil der Niederschlag leicht durch das Filter geht. Zum Auswaschen dient mit Essigsäure angesäuertes schwefelwasserstoffhaltiges Wasser. Der getrocknete Niederschlag wird möglichst vom Filter befreit und verbrannt, dann mit Schwefel gemengt und im Rose'schen Tiegel im Wasserstoffstrom gebrüht, oder — da die Menge des Zinkes gering ist — über Gebläse gebrüht in Zinkoxyd übergeführt.

Zu den Versuchen wurde eine Zinkchloridlösung verwendet, welche in 1 cc 23,45 mg Zinkchlorid enthielt. Jedes Mal wurden 10 g Holz genommen und die Versuche I bis III durch Mischen von Soda und Salpeter ausgeführt, das Zink als Schwefelzink gewogen; bei den Versuchen IV bis VI das Holz für sich verbrannt, das Zink als Zinkoxyd gewogen.

Angew. Zn Cl ₂ Lösung	Gewogen	Entspr. Zn Cl ₂	Differenz
I. 5 cc	83,2 mg ZnS	116,7 mg	- 0,55
II. 4 -	66,2 -	92,8 -	- 1,00
III. 3 -	51,0 -	71,5 -	+ 0,25
IV. 5 -	70,1 - ZnO	117,7 -	+ 0,45
V. 4 -	56,6 -	95,6 -	+ 1,80
VI. 3 -	42,6 -	71,5 -	+ 0,85

Die Stickstoffbestimmung wird am einfachsten nach dem Kjeldahl-Willfahrt'schen Verfahren, nach der Stutzer'schen (Rep. anal. Ch. 1885 S. 232) Vorschrift ausgeführt. Die Bestimmung geht bei Holz sehr rasch und die Resultate lassen nichts zu wünschen übrig. Dabei kann ich nicht unerwähnt lassen, dass die Angaben von Chevandier (C. r. 18 S. 143) über die Menge des Stickstoffs im Holz falsch sind. Chevandier fand, dass der Stickstoff im Stämme der verschiedenen Hölzer 0,93 bis 1,28 Proc. beträgt. Weber (R. Hartig und Weber, Holz der Rothbuche) untersuchte das Holz der Rothbuche und fand im Stammholz durchschnittlich 0,1 bis 0,2 Proc., nur das Astholz sammt Rinde von 0,5 bis 1,0 cm Durchmesser enthielt 1,232 Proc. Stickstoff. Ich selbst fand im Mittel aus 2 bis 3 Analysen folgende Stickstoffmengen:

	Sommerholz	Winterholz
Fichte 25 Jahre alt	0,160 Proc.	0,185 Proc.
Buche 130 -	0,189 -	0,176 -
Eiche 120 -	-	0,179 -

Vor der eigentlichen Imprägnirung werden die Eisenbahnschwellen gedämpft. Die Dämpfung geschieht bei 1,5 Atm. Überdruck, welche bei trocknem Holz 1, bei frischem hingegen 1½ Stunde dauert. Nach der Dämpfung wird bis auf 600 mm Vacuum evaciirt und zwar, wenn das Holz trocken ist 1, hingegen wenn es frisch ist 1½ Stunde lang. In Folge dieser Behandlung nimmt der Stickstoffgehalt ab, wie dies folgende Zusammensetzung zeigt, wo die Resultate Mittelwerthe aus 2 bis 3 Analysen sind.

Vor der Dämpfung Nach der Dämpfung

Buche frisch	0,108 Proc.	0,083 Proc.
Buche trocken	0,106 -	0,088 -

Budapest, Laboratorium der K. ung. Staatseisenbahnen.

Verhandlungen des Vereins deutscher Cement-Fabrikanten.

Auf der 13. Generalversammlung des Vereins deutscher Portlandcement-Fabrikanten berichtete R. Dyckerhoff, dass der Vereinsvorstand eine grössere Anzahl Cemente der Vereinsmitglieder aus dem Handel beschafft und nach Feststellung der Festigkeiten an R. Fresenius zur Untersuchung eingeschickt habe. Es wird bemerkt, dass die 25 untersuchten Cementmarken nach der letzten Einschätzung der Fabriken im Verein einer jährlichen Production von rund 6 Millionen Fässern entsprechen; sie können daher als ein genügender Durchschnitt der deutschen Portlandcemente gelten. Die Untersuchung (s. Tabelle) ergab gegen früher (vgl. Fischer's Jahrb. 1884, 708) ein etwas geringeres spec. Gew. und etwas höheren Glühverlust, weil die Cemente mehr oder weniger abgelagert waren.

Die so gewonnenen Zahlen sollen ein Mittel an die Hand geben, um eine der „Erklärung“ entsprechende Controle des Vorstandes über die Fabrikate der Vereinsmitglieder auszuüben. Natürlich berechtigt eine geringe Überschreitung einzelner Grenzzahlen nicht, einen Cement für abnorm zu erklären, sondern es ist dann eine eingehendere Untersuchung über das gesammte Verhalten des Cements vorzunehmen, um ein endgültiges Urtheil fällen zu können.

Die deutschen Cementfabriken liefern jetzt jährlich 9 Millionen Fass Portlandcement.

R. Dyckerhoff berichtet dann über weitere Versuche über die Wirkung der Magnesia im gebraunten Cement (d. Z. 1889, 367). Die mitgetheilten Zugfestigkeiten ergeben, dass der normale Portlandcement mit 1,93 Proc. Magnesiagehalt eine regelrechte Zunahme der Festigkeit aufweist. Die übrigen Cemente zeigen bis zu 6 Monaten eine Festigkeitszunahme. Bei 3 Cementen ging jedoch die Festigkeit schon von 6 Monaten an rückwärts, bei den übrigen in der Zeit von 1 Jahr bis zu 2 Jahren. Der Eintritt des Rückganges hängt von der Höhe des Magnesiagehaltes und der Stärke der Sinterung ab. Der Einfluss der Sinterung machte sich besonders bei dem Cement mit 10,8 Proc. Magnesia bemerkbar, welcher nicht so vollkommen gesintert war als die übrigen Cemente. Es geht deshalb bei diesem Cement die Festigkeit früher rückwärts als bei den anderen Cementen. Von diesem Cement, welcher aus dolomitischen Gestein erbrannt wurde, liegen Festigkeitszahlen bis zu 3 Jahren vor. Es geht aus