

stellung der Retorten — 1102 hk Roh-CS<sub>2</sub>, folglich kann die gesammte Erzeugung pro 1 Jahr mit  $1102 \times 4 = 4408$  rohem oder mit 80 Proc. genommen, rund mit 3500 hk raffinirtem Schwefelkohlenstoff berechnet werden und entspricht auch beiläufig dem gegenwärtigen inländischen Bedarf.

#### Schwefelkohlenstoff-Raffination.

Betriebsjahr	12 stündige Schichten	Roh-CS <sub>2</sub> * Aufgaben hk	Ausbringen von raffinirten CS <sub>2</sub> hk	Erhalten regenerirter Schwefel hk	Kostenpreis der Rectification für 1 hk Kr.
1889	147	1060,52	908,10	326,25	41
1890	1425,40	1226,00		401,25	41,7
1891	112	2159,00	1740,50	286,00	48,3
1892	79 1/4	1455,00	1156,00	586,00	52,5
1893	250	3102,25	2487,00		65,84
5	588 1/4		7517,60		

Die ersten Versuche der Raffination wurden schon 1888 durchgeführt und in 39 Tagen 552 hk Roh-CS<sub>2</sub> verarbeitet. Das Ausbringen war 492 hk rectificirter Schwefelkohlenstoff, 50 hk regenerirter Schwefel und 4 hk unreine Rückstände.

unter Atmosphärendruck zu messen und daraus den Gehalt an metallischem Zink zu berechnen.

Bei diesem Verfahren kommt man mit einer Wägung aus, ausserdem erfordert die Operation während ihres Verlaufes keine besondere Aufmerksamkeit.

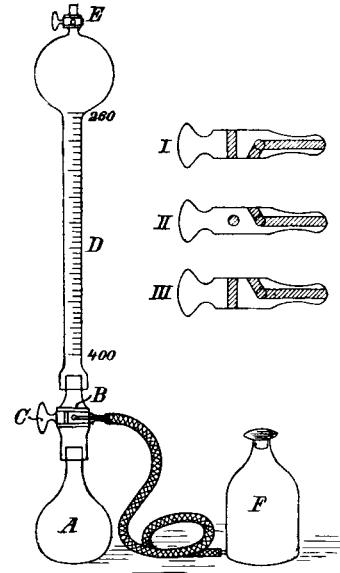


Fig. 75.

Der Apparat besteht aus dem Entwicklungskölbchen *A*, dem Hahnstück *B* mit dem Dreiegehahn *C*, der Bürette *D* mit dem einfach durchbohrten Hahn *E* und der Florentiner Flasche *F*. Das Hahnstück kann mittels Schiffe einerseits mit dem Entwicklungskölbchen von etwa 200 cc Inhalt, andererseits mit der Bürette von 400 cc Capacität — die Kugel fasst 260 cc, die in  $1/2$  cc getheilte Bürette 140 cc — zu einem Ganzen verbunden werden, während die Verbindung der Florentiner Flasche von etwa 500 cc Fassungsvermögen mit dem Dreiegehahn durch einen Gummischlauch von etwa 1 m Länge bewerkstelligt wird.

Die Grösse und Theilung der Bürette ist so gewählt, dass bei 1 g Einwage Zinkstaub von 75 bis 100 Proc. metallischem Zink bei 10 bis 25° Temperatur und 740 bis 770 mm Barometerstand analysirt werden kann.

Das Arbeiten mit dem Apparate gestaltet sich folgendermaassen: Nachdem Hähne und Schiffe gut eingefettet sind, bringt man 1 g Zinkstaub in das Entwicklungskölbchen, verbindet dieses mit dem Hahnstück und füllt es bei der Hahnstellung I mit destillirtem Wasser. Ist die Luft aus dem Kölbchen ganz durch Wasser verdrängt, dreht man den Dreiegehahn in die Stellung II, ver-

#### Verfahren und Apparat zur Werthbestimmung des Zinkstaubes.

Von

Dr. Franz Meyer.

Von den für die Werthbestimmung des Zinkstaubs empfohlenen Methoden gibt diejenige von R. Fresenius (Z. anal. 17, 465) in jeder Hinsicht befriedigende Resultate. Sie beruht darauf, dass der bei Einwirkung von verdünnter Schwefelsäure auf das im Zinkstaub enthaltene metallische Zink entwickelte Wasserstoff durch Kupferoxyd verbrannt und das gebildete Wasser in Schwefelsäure-Röhren aufgefangen und als solches gewogen wird. Ihre Durchführung erfordert aber ungetheilte Aufmerksamkeit während der ganzen Operation, ausserdem erheischen die Vorbereitungen — es sind drei Wägungen nöthig, Verbrennungsrohr und Kupferoxyd müssen absolut trocken sein — grossen Aufwand an Zeit.

Um diese Schwierigkeiten zu heben, habe ich den durch nebenstehende Zeichnung erläuterten Apparat construirt, welcher es ermöglicht, den aus verdünnter Schwefelsäure durch das im Zinkstaub enthaltene metallische Zink entwickelten Wasserstoff

bindet das Hahnstück mit der Bürette, öffnet den Quetschhahn, füllt nun, während Hahn *E* geöffnet ist, durch Heben der Florentiner Flasche die Bürette mit verdünnter Schwefelsäure ( $1\text{H}_2\text{SO}_4 : 3\text{H}_2\text{O}$ ) und schliesst darauf Hahn *E*. Dreht man jetzt den Dreiweghahn in die Stellung III, so sinkt die schwere Säure in das Entwicklungskölbchen. Der Wasserstoff steigt in grossen Blasen in die Bürette, aus welcher er die Säure allmäthig in die Florentiner Flasche drängt.

Hat die Gasentwicklung aufgehört, so bringt man den Apparat in einen Raum von constanter Temperatur, stellt ein Barometer und Thermometer daneben und liest nach einiger Zeit ab, wenn man sicher ist, dass die Bürette die Temperatur der Umgebung angenommen hat. Zu diesem Zweck bringt man durch Heben der Florentiner Flasche den Wasserstoff unter Atmosphärendruck, notirt die Anzahl der entwickelten Cubikcentimeter, Thermometer- und Barometerstand. Der Prozentgehalt des Zinkstaubs an metallischem Zink ist bei 1 g Einwage:

$$\text{Proc. Zn} = 100 \cdot \frac{V(b-f)}{760(1+0,00367t)} \cdot 0,00291135.$$

*V* = Volumen Wasserstoff in cc, gemessen beim Barometerstand *b* und der Temperatur *t*.

*f* = Tension des Wasserdampfes bei *t*°.

0,00291135 = Product aus dem Gewicht von 1 cc H bei 0° und 760 mm Barometerstand und dem Atomgewicht des Zinks (0,00008958. 32,5).

Diese recht langwierige Rechnung lässt sich bedeutend vereinfachen, wenn man die von Dietrich berechnete, u. a. im Chemiker-Kalender abgedruckte Tabelle benutzt, welche die Gewichte von 1 cc Stickstoff in mg bei 10 bis 25° und 740 bis 760 mm Barometerstand enthält. Man hat dann nur die gefundene Zahl mit 2,3214, dem Quotienten aus den Atomgewichten von Zink und Stickstoff — 32,5 : 14 — zu multipliciren, um auf folgende Frage Antwort zu bekommen: „Wieviel mg Zink entspricht 1 cc Wasserstoff bei *t*° und *b* mm?“ Multiplicirt man diesen Werth mit der gefundenen Anzahl cc Wasserstoff, so erhält man das in 1 g Zinkstaub enthaltene metallische Zink in Milligramms und somit direct in Procenten angegeben.

Nachstehende Beleg-Analysen sind auf diese Weise berechnet:

#### A. Zinkstaub:

- I. 1 g lieferte 338 cc H bei 21° und 756 mm, entsprechend 888,5 mg = 88,85 Proc. metall. Zn.
- II. 1 g lieferte 330 cc H bei 15° und 754 mm, entsprechend 890,1 mg = 89,01 Proc. metall. Zn.
- III. 1 g lieferte 332 cc H bei 14° und 745 mm, entsprechend 888,6 mg = 88,86 Proc. metall. Zn.

#### B. Chemisch reines Zink:

- I. 0,9995 g lieferten 377 cc H bei 18° und 752 mm, entsprechend 1000 mg = 100,05 Proc. metall. Zn.
- II. 0,8337 g lieferten 318 cc H bei 22° und 758 mm, entsprechend 834 mg = 100,03 Proc. metall. Zn.
- III. 0,87 g lieferten 328 cc H bei 20° und 757 mm, entsprechend 872,3 mg = 100,11 Proc. metall. Zn.

Enthält der Zinkstaub Spuren metallischen Eisens, so sind diese vor dem Einwiegen mit dem Magneten zu entfernen, wenn man es nicht vorzieht, das Reductionsvermögen durch die Anzahl cc Wasserstoff, gemessen bei 0° und 760 mm, auszudrücken, welche 1 g Zinkstaub aus verdünnten Säuren zu entwickeln vermag. In diesem Falle ist es ja gleichgültig, ob der Wasserstoff aus der Einwirkung des Zinks oder des Eisens stammt. Zweckmässig bezeichnet man vielleicht diese Grösse als „Wasserstoffwerthigkeit“ oder „Reductionsvermögen“, so dass z. B. der obige Zinkstaub als ein Zinkstaub von 305 cc Wasserstoffwerthigkeit oder Reductionsvermögen anzusprechen ist, d. i. ein solcher, von dem 1 g bei 0° und 760 mm 305 cc Wasserstoff aus verdünnten Säuren freizumachen im Stande ist. Für die Rechnung sind in diesem Fall die bei *t*° und *b* mm abgelesenen cc nur auf 0° und 760 mm zu reduciren<sup>1)</sup>.

Zinkhütte Hamborn (Rheinland), im März 1894.

#### Verzinkte eiserne Zuckerformen mit innerem Anstrich.

Von

Ed. Donath.

Die Nachtheile, welche die bisher gebrauchten Zuckerformen mit Firniß- und Lackfarbenanstrichen besessen, sind bekannt. Insbesondere sind es die Schwierigkeiten, mit welchen die von Zeit zu Zeit nothwendig werdende Wiederholung dieser Anstriche verknüpft ist; die in England schon länger ausschliesslich benutzten verzinkten oder galvanisierten Formen, welche diesbezüglich vortheilhafter sind, sollen nach den Versuchen von Stammer<sup>1)</sup> die Unannehmlichkeit besitzen, dass sie den Broten an der Ober-

<sup>1)</sup> Die Herstellung des Apparates habe ich der Firma E. Leybold's Nachfolger in Cöln a. Rhein übertragen, welche ihn in tadelloser Ausführung liefert.

<sup>1)</sup> Dessen Lehrbuch der Zuckerfabrikation, II. Auflage, S. 1181.