

der Extraktbestimmung auf optischem Wege mit dem Zeißschen Eintauchrefraktometer ist einer Methode zur Bestimmung des Stärkewertes im Mais aus der unter ganz bestimmten Voraussetzungen ermittelten Extraktausbeute zugrunde gelegt⁹⁾. Die Arbeitsweise besteht darin, daß man 5 g des feingemahlten Maises unter Vermeidung des Hochdruckes in angegebener Weise verflüssigt und verzuckert, auf 100 ccm auffüllt, filtriert und im Filtrate den Extraktgehalt mit dem Eintauchrefraktometer in einfachster Weise ermittelt. Diese Arbeitsweise macht somit die bei der gegenwärtigen Methode so lästige Inversion mit Salzsäure und die nicht weniger umständliche Bestimmung des Zuckers mit Fehling'scher Lösung vollständig überflüssig. Der auf beschriebene Weise erhaltene „scheinbare“ Stärkewert, sowie der „wirkliche“ Stärke- und Alkoholwert sind in einer beigefügten Tabelle zu finden. Das Resultat der Untersuchung kann innerhalb 5—6 Stunden bekannt gegeben werden¹⁰⁾.

Beiträge zur Siliciumbestimmung im hochprozentigen Ferrosilicium.

Von GEORG PREUSS, Gelsenkirchen-Schalke.

(Eingeg. 12./I. 1910.)

In der Zeitschrift Stahl und Eisen vom 15./3. 1905, S. 334, fand ich einen Artikel über Siliciumbestimmung im hochprozentigen Siliciumeisen. Es

handelt sich bei dieser Methode um den Aufschluß eines 50%igen Ferrosiliciums im Nickeltiegel mittels kieselsäurefreien Kaliumhydroxyds. Da am Schlusse dieses Artikels erwähnt wurde, daß sich leider nur der Versuch beim 50%igen Ferrosilicium ausführen lassen konnte, da kein anderes zur Verfügung stand, auch ich in den weiteren Zeitschriften von Stahl u. Eisen keine Versuche dieser Methode mehr vorfand, brachte ich folgende Siliciumbestimmungen zur Ausführung: Es kamen zur Untersuchung 25-, 50-, 75- und 90%iges Ferrosilicium, sowie ein Siliciumcarbid. Das Material wurde im Achatmörser bis zur Mehlfeinheit zerrieben. Als Aufschlußmaterial diente erstens: Eine Mischung von ca. 10 g Natriumkaliumcarbonat und 0,5 g Natriumsuperoxyd, untermischt mit 0,5 g Ferrosilicium im Platintiegel. Zweitens: 0,5 g Siliciumeisen bedeckt mit ca. 10 g Kaliumhydroxyd (puriss. SiO_2 frei), welches in ganz kleinen Stückchen zerstoßen wurde, im ca. 100 ccm fassenden Nickeltiegel. Man erwärmt, um jedes Spritzen zu vermeiden, den bedeckten Tiegel mit ganz kleiner Flamme ca. 20 Minuten, darauf 20 Minuten stark, und ein guter Aufschluß ist erreicht. Nach dem Erkalten legt man den Tiegel mit Deckel in eine Kasserolle und übergießt denselben mit warmem Wasser, worauf sich bei weiterem Erwärmen die Schmelze aus dem Tiegel glatt herauslöst. Die Flüssigkeit in der mit einem Uhrglase bedeckten Kasserolle wird angesäuert und zu trocken verdampft. Beide Methoden erfordern ein zweimaliges Eindampfen, wie aus angeführten Resultaten ersichtlich.

Proben		25%	50%	75%	90%	Siliciumcarbid
Platintiegel	I	27,29	55,20	76,13	89,05	54,18
	II	0,65	0,78	0,92	1,33	0,65
	Summa Si	27,94%	55,98%	77,05%	90,38%	54,83%
Nickeltiegel	I	27,57	54,71	75,76	88,45	53,94
	II	0,56	1,13	1,15	1,57	0,94
	Summa Si	28,13%	55,84%	76,91%	90,02%	54,88%

Da die Werte der beiden Methoden eine gute Übereinstimmung zeigen, auch der Nickeltiegel bei zahlreicher Anwendung kaum angegriffen wird, so wäre die Aufschließung mittels Kaliumhydroxyds im Nickeltiegel, wo viel hochprozentiges Silicium-

eisen zur Untersuchung gelangt, sehr zu empfehlen und eine enorme Ersparnis an Platintiegeln erzielt.

Beim 10%igen Ferrosilicium empfiehlt sich folgende Methode: 0,5 g Siliciumeisen werden in einem Becherglaskolben unter Zugabe von 10 g Kaliumchlorat und 100 ccm konz. Salzsäure eine Stunde auf einer Dampfplatte oder im Sandbade bei ca. 100° erwärmt, darauf in eine Kasserolle übergeführt und eingedampft. Da die Kieselsäure aber, obwohl sie rein weiß erscheint, doch stets 0,5 bis 1,5% zu hohe Werte gibt, müßte danach ein Aufschluß mit Kalium-Natriumcarbonat im Platintiegel oder ein solcher mit Kaliumhydroxyd im Nickeltiegel erfolgen. Ein zweites Eindampfen der Flüssigkeit ist auch hierbei erforderlich. [A. 8.]

⁹⁾ Chem.-Ztg. 1908, Nr. 14 u. 15.

¹⁰⁾ Vorliegende Untersuchungen wurden zum größten Teil im brennereitechnischen Institute für Bayern (Weihenstephan) ausgeführt. Ich kann nicht umhin, dem Vorstände des Institutes, Herrn Prof. Dr. M. Bücheler, für die freundliche Überlassung des umfangreichen, vielseitigen Untersuchungsmaterials, für das Entgegenkommen und Interesse auch an dieser Stelle meinen innigsten Dank auszusprechen.