

Menge vom anwesenden Zink, also 1—2,5 g an Ammoniumphosphat zugesetzt und weiter erwärmt, bis sich der Niederschlag feinkristallinisch abgesetzt hat. Darauf filtriert man durch ein doppeltes Papierfilter (Weißband, Schleicher u. Schüll), wäscht mit heißer 1%iger Ammoniumphosphatlösung und zum Schluß mit kaltem Wasser gut aus und bringt den Niederschlag samt Filter in das Fällungsgefäß zurück. Nun titriert man entweder direkt mit halbnormaler Säure nach dem Aufschlämmen des Niederschlages mit Wasser, oder man setzt einen Überschuß an halbnormaler Säure zu und titriert mit halbnormaler Lauge zurück, welche Arbeitsweise unbedingt vorzuziehen ist. In beiden Fällen dient Methylorange als Indicator. Nach der Gleichung:



oder

$2 \text{ZnNH}_4\text{PO}_4 + 4 \text{HCl} = \text{Zn}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2 + \text{ZnCl}_2 + 2 \text{NH}_4\text{Cl}$

entsprechen zwei Äquivalente Säure einem Atom Zink und somit 1 ccm halbnormaler Säure ($O = 16$ Zn = 65,37) 0,0163425 g Zink. Der ganze Vorgang ist auch praktisch genau nach der Gleichung in Rechnung zu stellen, so daß sich ein zeitweises Einstellen mit chemisch reinem Zink, wie es bei anderen Methoden notwendig wird, erübrigst. Durch folgenden Vorgang konnte dies ohne weiteres bestätigt werden. 0,25 g chemisch reines Zink wurden in genannter Weise gefällt, filtriert und titriert. Nach Zusatz von 25 ccm Halbnormalsäure wurde mit 9,7 ccm Halbnormallauge zurücktitriert. 0,25 g Zink verbrauchten daher 15,3 ccm Halbnormalsäure. Nach der Formel entspricht 1 ccm halbnormale Säure 0,0163425 g Zink, folglich 15,3 ccm 0,25044 g Zink, also eine ziemliche Genauigkeit, welche einige Male in diesen Grenzen sich bewegend festgestellt werden konnte.

Zu beachten ist, daß bei der Titration das Volumen der zu titrierenden Lösung mindestens 300 ccm beträgt, da in konzentrierteren Lösungen infolge bestimmter Dissoziationserscheinungen der Indicatorumschlag von Rot auf Orange oder Gelb nicht scharf genug verfolgt werden kann.

Vorgeschilderte Methode wurde in einigen Fällen praktisch erprobt und zeigte sehr gute Resultate im Vergleich zur Gewichtsanalyse (Zinkammoniumphosphat, Zinkpyrophosphat) und Ferrrocyanalkaliumenthode.

So konnte z. B. das Zink im Messing nach der elektrolytischen Abscheidung des Kupfers bestimmt werden, indem die restliche saure Lösung mit Ammoniak übersättigt, und die entsprechende Menge Ammoniumphosphat zugesetzt wurde. Je nachdem ob Blei, Eisen und Aluminium schon vorher entfernt wurde und die Lösung klar bleibt oder ob es mit Phosphat, auch mit eventuell anderen anwesenden Metallen fällt, wird das Zink direkt oder in einem aliquoten Teil des Filtrates durch Neutralisation mit Salzsäure gefällt. Oder aber es wurden Kupfer, Blei, Cadmium in Zinkaschen vorher mit Schwefelwasserstoff gefällt, und in einem bestimmten Teil des Filtrates nach der Oxydation mit Bromwasser die Fällung des Zinks in genannter Weise durchgeführt. Am besten und einfachsten gestaltet sich der Vorgang bei Anwesenheit geringerer Mengen von Kupfer, so z. B. in einem Zinkerz, indem nach dem Lösen in Säure (Königswasser) mit Ammoniak übersättigt wurde und nach Zusatz von Ammoniumphosphat im Sinne K. Voigts in einem aliquoten Teil des Filtrates das Zink gefällt wurde. [A. 89.]

Bemerkungen zu der Veröffentlichung von E. Berl und E. Wachendorff:

„Die Bestimmung organischer Dämpfe in Gasgemischen mittels aktiver Kohle, insbesondere die Benzolbestimmung in Leucht- oder Kokereigas¹⁾.“

Von FRANZ FISCHER und CARL ZERBE.

Aus dem Kaiser-Wilhelm-Institut für Kohlenforschung.
(Eingeg. 10.5. 1924)

Im Verlaufe einer Untersuchung²⁾ über die Eignung von Lignitkoks als aktive Kohle haben wir des Vergleiches halber auch Bayerische A-Kohle herangezogen. Unsere Arbeitsweise bestand darin³⁾, daß wir die A-Kohle in einen kleinen Absorptionsturm füllten und die Gewichtszunahme feststellten. Die Kohle wurde dann in einen Aluminium-Schwelapparat geschüttet und mit Dampf von 120° abgeblasen. Es gelang uns dabei nicht, das Benzol restlos der Kohle zu entziehen. Während unsere Werte bei 120° Dampftemperatur ganz unregelmäßig waren, wurden sie bei 180° besser und schwankten nur noch zwischen 80 und 100 %. Temperaturen von 160—170° oder 250° sind auch von anderer Seite⁴⁾ als notwendig angesehen worden.

Unsere Versuche, die damals von Herrn R e i n h a r d ausgeführt waren, wiederholten wir auf die Mitteilung von Berl und Wachendorff hin und erhielten bei 120° wiederum stark schwankende Werte. Hierauf arbeiteten wir genau nach den Angaben von Berl und Wachendorff, indem wir das Ausblasen des Benzols in demselben U-Rohr vornahmen, in welchem auch die Adsorption stattgefunden hatte, also ohne das Umschütten in den Aluminium-Schwelapparat. Dabei haben wir nun gute und mit denen von Berl und Wachendorff übereinstimmende Ergebnisse erhalten. Die Vermutung letzterer, daß unsere schwankenden Resultate an einer nicht einwandfreien Arbeitsweise gelegen sein müssen, scheint uns berechtigt. Unsere Ergebnisse sind offenbar dadurch beeinflußt worden, daß die benzolhaltige A-Kohle beim Umschütten in den Aluminium-Schwelapparat vorübergehend Benzol an die Luft abgeben konnte; vor allem aber dürfte die Durchspülung der im Aluminium-Schwelapparat in flacher Schicht ausgebreiteten Kohle durch den Dampf auf dem gesamten Querschnitt nicht so gründlich gewesen sein, wie in dem U-Rohr von Berl und Wachendorff, wo die Kohle in einer Schicht von geringem Querschnitt aber großer Länge ausgeblasen wurde. In unserer seinerzeitigen Veröffentlichung gingen wir nicht von der Absicht aus, die Berlschen Versuche anzugreifen, aber wir sahen auch keinen Grund, unsere Ergebnisse besser darzustellen als sie waren. Sie haben auf alle Fälle den Vorteil gehabt, daß Berl und Wachendorff nunmehr die genauen Arbeitsbedingungen angegeben haben, unter denen nun wohl jeder Experimentator befriedigende Resultate erhalten wird.

[A. 91.]

Auslandsrundschau.

Der IV. internationale Kongress für Bodenkunde, Rom, 12.—19. Mai 1924.

Von Ernst Behrie, Berlin-Wilmersdorf.

Nachdem drei Konferenzen, 1909 zu Budapest, 1910 zu Stockholm und 1922 zu Prag, voraufgegangen waren, tagte vom 12.—19. Mai der 4. internationale Kongress für

¹⁾ J. prakt. Ch. 50, 472.

²⁾ Brennst.-Ch. 4, 353 [1923].

³⁾ Brennst.-Ch. 3, 241 [1922].

⁴⁾ Gas- u. Wasserfach 65, 608 [1922]; 65, 474 [1922].