

von 400 cc einer 30 proc. Zuckerlösung mit einem Überschuss von Strontianhydrat erhalten wurde.

15 cc der Zuckerstrontianlösung entsprechen 111,9 cc $\frac{1}{10}$ Norm. SO₃.

Stärke trs. Strontianlsg. Aufgefüllt zu		
g	cc	cc
0,845	15	100
0,4225	15	100
Titritr Verbr. Von 100 Theilen Stärke gebund.		
	$\frac{1}{10}$ N SO ₃	Sro
50	43,1	15,73
25	24,0	19,47

Der Unterschied bei verschiedenem Verhältniss von Stärke zu Strontian tritt auch hier deutlich hervor.

Noch einmal kurz zusammengefasst, ergibt sich aus der vorliegenden Arbeit folgendes:

1. Zuckerkalklösungen fällen aus verdünnten Stärkelösungen alle Stärke als Stärkekalkverbindung. Dextrine werden nicht gefällt.

2. 1 Th. Stärke vermag verschiedene Kalkmengen zu binden und zwar um so grössere Mengen, je mehr Kalk auf 1 Th. Stärke vorhanden war. Als Maximum wurde auf 1 Th. Stärke 0,3164 Th. Kalk, als Minimum 0,0952 Th. Kalk gefunden, welche Werthe auf Verbindungen C₆H₁₀O₅ Ca O und (C₆H₁₀O₅)₄ Ca O schliessen lassen.

3. Barytwasser verhält sich der Stärke gegenüber wie Zuckerkalklösung. Als Maximum und als Minimum wurden Werthe gefunden, welche annähernd Verbindungen von der Formel (C₆H₁₀O₅)₂ Ba O und (C₆H₁₀O₅)₈ Ba O zukommen.

4. Bei Gegenwart von wenig Alkohol geben auch die Dextrine mit Baryt Niederschläge.

5. Strontianwasser und Zuckerstrontianlösungen fällen die Stärke nicht vollständig. Unter Anwendung von Alkohol gelingt es jedoch auch mit Zuckerstrontianlösung die Stärke quantitativ auszufällen.

6. Zur quantitativen Bestimmung der Stärke können die alkalischen Erden nicht mit genügender Sicherheit direct verwendet werden.

(München, Laboratorium der landw. Centralversuchsstation.)

Über die volumetrische Bestimmung des Zinkoxydes.

Von

Rudolf Benedikt und Mathias Cantor.

Entgegen der Angabe Classen's¹⁾, dass Zinkoxyd nicht gut mit Normalsäure und

¹⁾ Friedrich Mohr's Lehrbuch der Titrermethode. Neu bearbeitet von Dr. Alexander Classen. S. 142.

Alkali gemessen werden kann, haben wir gefunden, dass sich freies Zinkoxyd und Zinkcarbonat mit Methylorange als Indicator, Zinksalze unter Zusatz von Phenolphthalein scharf titriren lassen.

Zu den Titrirungen wurden die gerade vorräthigen Massflüssigkeiten benutzt, nämlich:

No. 1. Salzsäure mit dem Titer: 1 cc = 0,0333 g Na₂CO₃, entsprechend 0,02544 g Zinkoxyd.

No. 2. Natronlauge, deren Titer auf die Säure No. 1 gestellt war:

Mit Methylorange als Indicator 1 cc HCl = 1,432 cc NaOH;

Mit Phenolphthalein als Indicator 1 cc HCl = 1,462 cc NaOH.

Zur Prüfung des Verfahrens sind wir von reinem Kaliumzinksulfat, K₂SO₄ + Zn SO₄ + 6 H₂O ausgegangen, welches wir uns selbst bereiteten und durch Umkrystallisiren reinigten. Seine Zusammensetzung wurde noch durch die Gewichtsanalyse kontrollirt:

	Gefunden	Ber. f. K ₂ Zn(SO ₄) ₂ + 6H ₂ O
ZnO	18,29	18,27
K ₂ O	—	21,25
SO ₃	36,02	36,10
H ₂ O	—	24,37

Freies Zinkoxyd und Carbonat. Das bei der Gewichtsbestimmung erhaltene, ge-glühte und gewogene Zinkoxyd wurde auch noch titriert. 1,1483 g Substanz lieferten 0,2101 g Zinkoxyd. Dasselbe wurde in 20,20 cc Salzsäure gelöst und nach Zusatz von Methylorange mit 17,20 cc Natronlauge zurücktitriert. Die verbrauchte Salzsäuremenge entspricht 0,2086 g Zinkoxyd, oder in Procenten:

	Gewichtsanal. Maassanalyt. Berechnet
ZnO	18,29 18,17 18,27

Wir haben eine Reihe von Bestimmungen in der Weise ausgeführt, dass wir die Lösung der gewogenen Probe in einer Porzellschale in der Siedhitze erst mit einem Tropfen Phenolphthalein versetzten und dann Natriumcarbonatlösung bis zur starken Rothfärbung zutropfen liessen. Der aus basischem Carbonat bestehende Niederschlag wird wie gewöhnlich auf einem Filter gesammelt, dann noch feucht mit warmem Wasser in einen geräumigen Kolben gespült und nach Zusatz von Methylorange mit Salzsäure titriert.

Zwei Bestimmungen ergaben:

K ₂ SO ₄ + Zn SO ₄ + 6 H ₂ O	cc Salzsäure 1 cc = 0,2544 g Zinkoxyd	g Zinkoxyd		Proc. Zinkoxyd	
		gef.	ber.	gef.	ber.
2,042 g	14,55	0,3701	0,3731	18,12	18,27
3,247	23,10	0,5877	0,5932	18,10	18,27

Zinksalze. Die maassanalytische Bestimmung von an Säuren gebundenem Zinkoxyd gelingt leicht in folgender Weise:

Die stark verdünnte Lösung des Zinksalzes (etwa 0,1 g Zinkoxyd in 50 cc Wasser) wird mit Phenolphthalein und dann mit titrter Natronlauge bis zur intensiven Rothfärbung versetzt. Dann lässt man noch einige Cubikcentimeter Natronlauge hinzufliessen, kocht einige Minuten und titriert mit Salzsäure zurück. Den Farbenumschlag erkennt man am deutlichsten nach dem Absetzen des Niederschlages. Der Titer der Natronlauge gegen Salzsäure ist mit Phenolphthalein gestellt.

$K_2SO_4 +$	cc Natronlauge	cc Salzsäure	g Zinkoxyd	Proc. Zinkoxyd
Zn SO ₄ + 6 aq.	1 cc = 0,1740 g ZnO	1 cc = 1,462 cc Natronl.	gef.	ber.
3,0053	36,2	3,07	0,5517	0,5491
3,3830	80,3	30,40	0,6247	0,6180

Diesen Ergebnissen nach kann die Bestimmung des Zinks stets alkalimetrisch ausgeführt werden. Aus allen Zinkverbindungen, Zinkerzen u. dgl. scheidet man das Zink in gewöhnlicher Weise von den anderen Oxyden und fällt es als basisches Zinkcarbonat, welches dann titriert wird. Dadurch erspart man das Trocknen des Niederschlages, das lästige Einäscheren des mit salpetersaurem Ammon befeuchteten Filters, zwei Wägungen und endlich die Prüfung des geglühten Zinkoxydes auf Alkalialze und Kieselsäure.

In Zinksalzen lässt sich unter Anwendung von Methylorange als Indicator sowohl der Gehalt an freier Säure als an freiem Zinkoxyd ermitteln, wobei wir die basischen Salze als Verbindungen der normalen Salze mit freiem Zinkoxyd betrachten.

Endlich lässt sich der Gesamtgehalt von Zinksalzlösungen an Zinkoxyd durch Titration unter Anwendung von Phenolphthalein rasch bestimmen, wenn man die Flüssigkeit zuerst mit Methylorange als Indicator neutralisiert und dann in der angegebenen Weise mit Natronlauge titriert.

Als Beispiel sei noch die Analyse eines Chlorzinks angeführt.

Chlorzink, 1,463 g Chlorzink von H. Trommsdorff wurden mit warmem Wasser überlossen, wobei ein geringer Theil unlöslich blieb. Nach Zusatz von Methylorange wurden 1,3 cc Salzsäure (1 cc = 0,02544 g ZnO) zur Neutralisation verbraucht. Die Lösung war nun eine vollständige. Aus diesen Daten ergibt sich ein Gehalt von 2,26 Proc. Zinkoxyd.

Nun würden nach Zusatz von Phenolphthalein 50 cc Natronlauge zufliessen gelassen, aufgekocht und mit 1,2 cc Salzsäure zurücktitriert. Gesamt-Zink: 46,04 Procente.

Damit wäre die Analyse beendigt gewesen, wir führten aber zur Controle noch die Bestimmung nach der zweiten Methode aus.

Zu diesem Behufe wurde Salzsäure bis zur Lösung des Niederschlages hinzugefügt, in eine Schale entleert, bis nahe zum Sieden erhitzt und so lange Natriumcarbonatlösung zugetropft, bis die Farbe der phenolphthalein-haltenden Flüssigkeit intensiv roth geworden war. Der gut ausgewaschene Niederschlag verbrauchte zur Neutralisation 32,95 cc Salzsäure, dies entspricht 45,97 Proc. Zink.

Die Analyse ergab somit

Mit Methylorange	Mit Phenolphthalein
Freies Zinkoxyd 2,26	
Gesamt-Zink 45,97	46,04

Bringt man für den Zinkgehalt den Mittelwerth 46,01 in Rechnung, so ist die Zusammensetzung der Probe:

Chlorzink	92,48
Zinkoxyd	2,26
Wasser	5,26
	100,00

Zur weiteren Controle wurde das Chlor noch gewichtsanalytisch durch Überführung in Chlor-silber bestimmt.

Aus der angegebenen	
Gef. Zusammensetzung ber.	
Cl 48,37	48,28

In ähnlicher Weise wurde eine eisenfreie Chlorzinklösung für Holzimprägnirung analysirt; die gewichts- und maassanalytischen Bestimmungen stimmten sehr gut überein. Der Gehalt an freiem Zinkoxyd lässt sich mit Hülfe der Maassanalyse selbstverständlich weit genauer als gewichtsanalytisch ermitteln.

Wien, Laboratorium der k. k. technischen Hochschule.

Zur Kenntniss des Schellacks.

Von

Rudolf Benedikt und E. Ehrlich.

Für eine Reihe von technischen Anwendungen wird der Schellack von Wachs befreit. Es geschieht dies durch Kochen mit verdünnten Sodalösungen. Ein passendes Verhältniss ist z. B.:

100 Th. Schellack,
50 - kohlens. Natron,
2000 - Wasser.

Sobald sich das Wachs in geschmolzenem Zustande an der Oberfläche angesammelt hat, lässt man erkalten, hebt das erstarrete Wachs ab und filtrirt die Flüssigkeit noch, falls eine vollständige Reinigung erwünscht ist. Aus dem Filtrate fällt das Harz beim Ansäuern in bröcklichen Massen