

Von Herrn Prof. A. Müller:

Müller, Alexander. Die Spüljauchenberieselung bei Paris. Sep. Abdr.
Scheidung, August. Das Feuer-Closet mit Closetofen und Abdampfapparat.
Berlin 1879.

Liernur, Ch. T. Ueber die Canalisation von Städten auf getrenntem Wege.
[Vortrag.] (Fankfurt a/M.)

Müller, Alexander. Die Ansprüche der Landwirthschaft auf die städtischen
Dungstoffe. Sep. Abdr. Berlin 1880.

Städtereinigung, Besprechungen mehrerer darauf bezüglicher Schriften.

Müller, Alexander. Nachträge betr. die Städtereinigung in Dordrecht und
München.

— Beiträge zur Städtereinigungsfrage.

Schweder, V. Die Spüljauchenberieselung. Berlin 1875.

Rudneff, Wladimir. Ueber Amidoverbindungen von tertiären Kohlenwasserstoff-
Radicalen. Kasan 1879. (V.) [In russischer Sprache.]

Der Schriftführer:

A. Pinner.

Der Vorsitzende:

A. W. Hofmann.

Mittheilungen.

246. F. Beilstein und L. Jawein: Ueber die Werthbestimmung von Zink und Zinkstaub.

(Eingegangen am 12. Mai.)

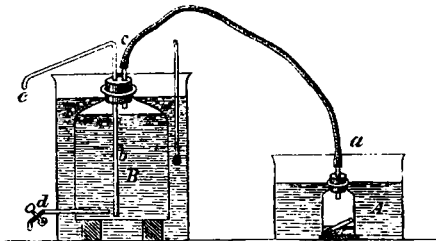
Die Beimengungen des käuflichen Zinks bestehen wesentlich aus Blei; Eisen, Antimon und namentlich Arsen treten nur in ganz untergeordneten Mengen auf. Cadmium findet sich nur in gewissen Zinksorten, meist in Quantitäten von 0.02—0.06 pCt. Nur ausnahmsweise begegnet man Zinkproben, die 0.1—0.3 pCt. Cadmium enthalten. Man kann sich daher rasch ein ungefähres Bild von der Reinheit einer Handelswaare verschaffen, wenn man eine gewogene Menge Zink in Salzsäure löst und den entwickelten Wasserstoff misst. Je bleireicher ein Zink ist, um so weniger Wasserstoff wird es entwickeln. Den Wasserstoff misst man durch Verdrängen von Wasser, wie es F. Schulze ¹⁾ in der von ihm vorgeschlagenen gasvolumetrischen Methode ausführte.

Die ersten Versuche, welche Hr. Th. Wilm auf unsere Veranlassung mit dem Schulze'schen Apparate ausführte, gaben keine befriedigenden Resultate. Die Temperaturschwankungen im Zersetzungsgefäß, das Auffangen des Wasserstoffs in getheilten Messcyllindern, das

¹⁾ Zeitschr. f. analyt. Chemie 2, 289.

Einstellen auf den ursprünglichen Druck u. s. w., alle diese Umstände schlossen ganz erhebliche Fehlerquellen ein. Nach mehrfach abgeänderten Vorrichtungen sind wir endlich auf die Construction eines Apparates gelangt, welcher es gestattet schnell und mit grosser Genauigkeit gasvolumetrische Bestimmungen vorzunehmen.

Das in einem Röhrchen abgewogene Zink (2—3 g) bringt man in eine Glasbüchse *A*, giesst die Salzsäure (spec. Gew. = 1.10) hinein (11 ccm auf je 1 g Zink) und verschliesst die Büchse durch einen Kautschuckstöpsel, durch welchen das Entwicklungsrohr *a* hindurchgeht. Dasselbe ist durch einen Kautschuckschlauch mit dem Robre *c* verbunden, welches kurz unter dem Stöpsel der Flasche *B* mündet. In demselben Stöpsel befindet sich das zweimal gebogene Rohr *b*, das — so weit es in die Flasche *B* hineinragt — mit einer Theilung in Cubikcentimeter versehen ist. Die Flasche *B* besitzt bei *d* eine durch Kautschuckschlauch und Quetschhahn verschliessbare Abflussröhre. *A* und *B* befinden sich in geräumigen, mit Wasser gefüllten Behältern, um stets auf gleicher Temperatur erhalten zu werden.



Bei Beginn des Versuches wird die Flasche *B* mit Wasser gefüllt, und *A*, nach dem Einbringen von Zink und Salzsäure, in den Wasserbehälter gestellt. Durch das Aufsetzen des Stöpsels in *A* ist natürlich ein Druck im Apparat entstanden und das Wasser im getheilten Rohre gestiegen. Aendert sich der Stand des Wassers im Rohre *b* nicht mehr, so lässt man aus *d* Wasser ab, bis das Wasser in der Flasche *B* und im Rohre *b* auf gleichem Niveau steht. Jetzt wird die Büchse *A* aus dem Wasser herausgenommen und durch Neigen derselben Salzsäure zum Zink gebracht. Augenblicklich beginnt die Wasserstoffentwicklung und es fliesst bei *e* Wasser ab, welches man in einem tarirten Kolben auffängt. Um das Kühlwasser nicht unnütz zu erwärmen, lässt man die Büchse *A* während des Lösens des Zinks ausserhalb stehen und bringt sie nur zuletzt wieder in das Wassergefäss zurück. Bleibt der Stand des Wassers im Rohre *b* unverändert, so lässt man aus *d* in den tarirten Kolben so lange Wasser ausfliessen, bis wieder ein gleiches Niveau in *B* und *b* erreicht ist.

Nun liest man den Barometerstand ab, notirt die Temperatur des Wassers im Behälter von *B* und wägt das verdrängte Wasser auf einer Tarirwage, welche bei 1 kg Belastung noch 0.1 g angeht.

Alle Einstellungen und Ablesungen lassen sich scharf ausführen und, ist einmal alle Säure mit dem Zink vermischt, so kann der Apparat sich selbst überlassen werden.

Bei der Berechnung der Resultate ist nur eine Correktion für die im Rohre *b* enthaltene Wassermenge anzubringen. Zu Anfang des Versuches und zuletzt, jedesmal wenn das Wasser in *B* und *b* auf gleiches Niveau gebracht wird, hat man den Stand des Wassers am getheilten Rohre *b* abzulesen. Man erfährt dadurch, wie viel Wasser aus dem Rohre *b* abgeflossen ist. Diese Wassermenge entspricht natürlich keinem verdrängten Wasserstoff und wird daher vom Gesamtgewichte des Wassers im tarirten Kolben abgezogen.

Um die Genauigkeit des Verfahrens zu prüfen, stellten wir Versuche mit einem käuflichen, sehr reinem Zinke an, das nur 0.005 pCt. Blei und 0.013 pCt. Cadmium enthielt.

	Angewandtes Zn	Temp.	Barom.	Wassermenge (corr.)	Zink
1.	2.8358	16.1 ⁰	771.9 mm	1033.7 g	99.87 pCt.
2.	1.0615	16.2 -	772.0 -	387.2 -	99.92 -
3.	3.0013	16.8 -	771.6 -	1097.4 -	99.83 -
4.	3.2743	17.2 -	769.9 -	1204.8 -	100.05 -
5.	3.4360	17.5 -	769.7 -	1264.8 -	99.93 -
6.	3.0742	15.6 -	764.1 -	1129.8 -	99.90 -
7.	3.3554	15.6 -	764.1 -	1235.3 -	100.08 -
8.	3.4354	16.0 -	764.5 -	1262.5 -	99.77 -
9.	3.7135	16.2 -	764.6 -	1364.7 -	99.69 -
10.	3.3020	15.7 -	762.0 -	1218.0 -	99.94 -
11.	3.4000	15.5 -	768.1 -	1265.3 -	99.93 -
12.	3.6352	16.6 -	768.7 -	1331.9 -	99.72 -
13.	3.5782	15.0 -	767.8 -	1303.1 -	99.77 -
14.	3.1622	14.2 -	751.8 -	1173.5 -	99.88 -
15.	3.0580	13.7 -	749.6 -	1135.9 -	99.93 -
16.	3.3346	13.8 -	750.1 -	1238.4 -	100.00 -

Im Mittel enthält daher das Zink 99.89 pCt. reines Metall. (Bei der Berechnung der Resultate ist das Atomgewicht des Zinks = 65.06 und das Gewicht von 1 l Wasserstoff = 0.089578 g angenommen.)

Da möglicherweise ein Luftgehalt des Wassers und ebenso die Luft in der Büchse von Einfluss sein könnte, haben wir in mehreren Versuchen zunächst das Wasser mit Wasserstoff gesättigt und ebenso alle Luft aus den Apparaten durch dieses Gas verdrängt.

- 1) 3.3689 g bei 15.6° und 767.0 mm gaben 1236.1 g H₂O = 100.01 pCt. Zn.
 2) 3.1081 - - 16.5° - 766.1 - - 1144.9 - - = 99.97 - -
 3) 3.2401 - - 16.5° - 766.1 - - 1193.8 - - = 99.99 - -
 4) 3.1773 - - 16.7° - 766.1 - - 1170.4 - - = 99.87 - -

Im Mittel: 99.96 pCt. Zink.

Die Differenz ist ganz unbedeutend und es erscheint daher überflüssig, das Verfahren in dieser Weise zu compliciren.

Dasselbe Zink analysirten wir nach dem trefflichen Verfahren von Fresenius ¹⁾, wobei das Zink im Luftstrome in Säure gelöst und der entweichende Wasserstoff durch Kupferoxyd verbraunt wird.

3.0037 g Zink gaben 0.8274 g Wasser = 99.79 pCt. } Mittel:

6.0734 g - - 1.6736 - - = 99.82 - } 99.80 pCt.

Von besonderem Werthe ist unser Verfahren für die Analyse von Zinkstaub, weil der einfache Apparat überall aufgestellt werden kann, keines Verbrennungsofens bedarf und jede Probe sich selbst überlassen bleiben kann. Auch hat man nur die Substanz genau abzuwägen, alle übrigen Ablesungen und Wägungen sind in kürzester Zeit beendet. Freilich dauert die Analyse nach unserem Verfahren etwas länger als bei der Gewichtsanalyse, weil man nicht erwärmen kann und die letzten Spuren Zinkstaub sich nur langsam lösen. Da aber der Apparat absolut keiner Bewachung bedarf, so fällt dieser Umstand gar nicht in's Gewicht.

Bei der Analyse von Zinkstaub hat man — wie bereits Fresenius hervorhob — grosse Sorgfalt auf die Herstellung einer Durchschnittsprobe zu verwenden und muss mindestens 3—4 g in Arbeit nehmen. Ferner hat man zu berücksichtigen, dass der Zinkstaub kohlen-saures Salz enthält. Das Ableitungsrohr in der Büchse ist daher mit einem U-förmigen Natronkalkrohr zu verbinden, welches mit der Büchse in das Kühlwasser getaucht wird.

- 1) 3.8551 g bei 15.0° und 750.4 mm gaben 1157.0 g H₂O = 80.34 pCt. Zn.
 2) 3.9994 - - 13.8° - 754.8 - - 1194.7 - - = 80.84 - -

Mittel = 80.59 pCt. Zn.

Derselbe Zinkstaub, nach Fresenius analysirt, ergab:

1) 4.7460 g gaben 1.0463 g Wasser = 79.85 pCt. Zink.

2) 5.1291 - - 1.1412 - - = 80.60 - -

Mittel = 80.10 pCt. Zink.

Ueber weitere Anwendungen unseres Apparates zur gasvolumetrischen Analyse werden wir in unserer nächsten Abhandlung berichten.

St. Petersburg. Technologisches Institut.

¹⁾ Zeitschrift für analytische Chemie 17, 465.