

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

15 cc der Zuckerstrontianlösung entsprechen 111,9 cc $\frac{1}{10}$ Norm. SO_3 .

Stärketrs.	Strontianlsg.	Aufgefüllt zu
g	cc	cc
0,845	15	100
0,4225	15	100
Titirt	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 umso 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 $\text{C}_6\text{H}_{10}\text{O}_5\text{CaO}$ und $(\text{C}_6\text{H}_{10}\text{O}_5)_4\text{CaO}$ 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 $(\text{C}_6\text{H}_{10}\text{O}_5)_2\text{BaO}$ und $(\text{C}_6\text{H}_{10}\text{O}_5)_8\text{BaO}$ 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 Titrimethode. 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 Titirungen wurden die gerade vorrätigen Massflüssigkeiten benützt, nämlich:

No. 1. Salzsäure mit dem Titer: 1 cc = 0,0333 g Na_2CO_3 , 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 NaHO ;

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

Zur Prüfung des Verfahrens sind wir von reinem Kaliumzinksulfat, $\text{K}_2\text{SO}_4 + \text{ZnSO}_4 + 6\text{H}_2\text{O}$ ausgegangen, welches wir uns selbst bereiteten und durch Umkrystallisieren reinigten. Seine Zusammensetzung wurde noch durch die Gewichtsanalyse controlirt:

	Gefunden	Ber. f. $\text{K}_2\text{Zn}(\text{SO}_4)_2 + 6\text{H}_2\text{O}$
ZnO	18,29	18,27
K_2O	—	21,25
SO_3	36,02	36,10
H_2O	—	24,37

Freies Zinkoxyd und Carbonat. Das bei der Gewichtsbestimmung erhaltene, geglähte und gewogene Zinkoxyd wurde auch noch titirt. 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 zurücktitirt. 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 Porzellanschale 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 titirt.

Zwei Bestimmungen ergaben:

$\text{K}_2\text{SO}_4 + \text{ZnSO}_4 + 6\text{H}_2\text{O}$	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 titrirter Natronlauge bis zur intensiven Rothfärbung versetzt. Dann lässt man noch einige Cubikcentimeter Natronlauge hinzufließen, kocht einige Minuten und titrirt mit Salzsäure zurück. Den Farbumschlag erkennt man am deutlichsten nach dem Absetzen des Niederschlages. Der Titer der Natronlauge gegen Salzsäure ist mit Phenolphthalein gestellt.

K ₂ SO ₄ + Zn SO ₄ + 6 aq.	cc Natron- lauge 1 cc = 0,1740 g ZnO	cc Salz- säure 1 cc = 1,462 cc Natronl.	g Zinkoxyd		Proc. Zink- oxyd	
			gef.	ber.	gef.	ber.
3,0053	36,2	3,07	0,5517	0,5491	18,36	18,27
3,3830	80,3	30,40	0,6247	0,6180	18,47	18,27

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 titrirt wird. Dadurch erspart man das Trocknen des Niederschlages, das lästige Einäschern des mit salpetersaurem Ammon befeuchteten Filters, zwei Wägungen und endlich die Prüfung des geglühten Zinkoxydes auf Alkalisalze 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 neutralisirt und dann in der angegebenen Weise mit Natronlauge titrirt.

Als Beispiel sei noch die Analyse eines Chlorzinks angeführt.

Chlorzink, 1,463 g Chlorzink von H. Trommsdorff wurden mit warmem Wasser übergossen, 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, aufgeköcht und mit 1,2 cc Salzsäure zurücktitrirt. Gesamt-Zink: 46,04 Procente.

Damit wäre die Analyse beendet 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 zutropft, bis die Farbe der phenolphthaleinhaltenden 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 Chlorsilber 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 Sodälösungen. Ein passendes Verhältniss ist z. B.:

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

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