

Zinkpaste
Zinci Pasta
Pasta Zinci

Definition

Zinkpaste enthält mindestens 24,0 und höchstens 26,0 Prozent Zinkoxid (ZnO , M_r 81,4) und mindestens 22,0 und höchstens 25,0 Prozent Talkum.

Herstellung

Zinkoxid (VI)	25 g
Talkum (VI)	25 g
Gelbes Vaseline	50 g

Zinkoxid und Talkum werden sorgfältig gemischt, gesiebt und mit dem geschmolzenen Gelben Vaseline zu einer vollkommen homogenen Masse verarbeitet.

Eigenschaften

Gelblichweiße, geruchlose Paste, die in einem dünnen Ausstrich mit freiem Auge keine Partikelchen erkennen lassen darf.

Prüfung auf Identität

- A. Werden etwa 0,2 g Zinkpaste in einem Porzellantiegel verascht, so hinterbleibt ein Rückstand, der in der Hitze gelb ist und beim Abkühlen weiß wird.
- B. Der bei der vorhergehenden Prüfung erhaltene Glührückstand wird mit 5 ml Salzsäure *R* 1 ausgekocht. Man filtriert und dampft das Filtrat bis fast zur Trockene ein. Löst man den Rückstand in 2 ml Wasser *R* und versetzt vorsichtig mit verdünnter Natriumhydroxid-Lösung *R*, so entsteht ein weißer, gallertiger Niederschlag, der sich in einem Überschuß dieses Reagens wieder auflöst. Die Lösung gibt mit Natriumsulfid-Lösung *R* einen weißen Niederschlag, der in Essigsäure 35 % (ÖAB) unlöslich und in verdünnter Salzsäure *R* löslich ist.
- C. Der beim Auskochen des Glührückstandes mit Salzsäure *R* 1 erhaltene unlösliche Rückstand wird auf dem Filter ausgewaschen, hierauf mit diesem in einem Platintiegel verascht und mit etwa 0,5 g einer Mischung gleicher Anteile von Kaliumcarbonat *R* und Natriumcarbonat *R* geschmolzen. Nach etwa 10 Minuten läßt man erkalten und kocht den Schmelzkuchen mit Wasser *R*, bis er vollständig zerfallen ist. Hierauf spült man die trübe Flüssigkeit in eine Abdampfschale, säuert vorsichtig mit Salzsäure *R* an und dampft zur Trockene ein. Erwärmt man den Rückstand mit verdünnter Salzsäure *R*, so bleibt unlösliche Kieselsäure zurück.

Die abfiltrierte Lösung gibt mit verdünnter Natriumhydroxid-Lösung *R* einen weißen, flockigen Niederschlag, der im Überschuß dieses Reagens unlöslich ist, sich jedoch zum größten Teil auf Zusatz von 1 bis 2 g Ammoniumchlorid *R*

löst. Die so erhaltene, wenn nötig, filtrierte Lösung gibt mit einer Lösung von Natriummonohydrogenphosphat-Dihydrat R ($0,3 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$) einen weißen, kristallinen Niederschlag.

- D. Schüttelt man 0,5 g Zinkpaste mit 10 ml Ether R kräftig durch und filtriert, so hinterläßt das Filtrat nach dem Abdampfen einen gelben Rückstand, der beim Abkühlen zu einer salbenartigen Masse erstarrt.

Prüfung auf Reinheit

Fette: Erhitzt man den bei der vorhergehenden Prüfung erhaltenen Rückstand mit 4 ml verdünnter Natriumhydroxid-Lösung R eine Minute lang zum Sieden, so darf die nach dem Erkalten abfiltrierte Flüssigkeit beim Ansäuern mit Salzsäure R 1 keinen Niederschlag geben.

Salicylsäure: Erhitzt man 0,5 g Zinkpaste mit 10 ml Ethanol 96 % R zum Sieden, schüttelt die heiße Mischung 1 Minute lang kräftig durch und filtriert, so darf sich das Filtrat auf Zusatz von 1 Tropfen Eisen(III)-chlorid-Lösung R 1 nicht violett färben.

Gehaltsbestimmung

Talkum: 2,000 g Zinkpaste werden in einem Erlenmeyerkolben mit 50 ml Ether R bis zur vollständigen Lösung des Vaseline geschüttelt. Hierauf filtriert man durch ein aschefreies Faltenfilter und wäscht den Rückstand im Kolben und auf dem Filter fünfmal mit je 10 ml Ether R nach. Hierauf bringt man das Filter in den Kolben zurück, versetzt mit 20 ml verdünnter Salzsäure R und 20 ml Wasser R und erhitzt 30 Minuten lang unter Rückflußkühlung zum Sieden. Die heiße Lösung wird durch ein aschefreies Filter in einen 250 ml fassenden Meßkolben filtriert. Den auf dem Filter gesammelten Rückstand wäscht man einmal mit heißer verdünnter Salzsäure R und hierauf sorgfältig mit heißem Wasser R aus, wobei man die Waschflüssigkeit in den Meßkolben abfließen läßt, trocknet, verascht und glüht bei $600 \text{ }^\circ\text{C}$ bis zur Massekonstanz.

Das Gewicht des Rückstandes muß 0,4400 bis 0,5000 g betragen, entsprechend einem Gehalt an Talkum von 22,0 bis 25,0 Prozent.

Zinkoxid: Die im Meßkolben gesammelte Lösung wird mit Wasser R bis zur Marke aufgefüllt und gut durchgemischt. 50,00 ml der Lösung (= $1/5$ der Einwaage an Zinkpaste) werden mit Wasser R auf etwa 100 ml verdünnt und hierauf mit verdünnter Natriumhydroxid-Lösung R bis zum Auftreten einer geringen Trübung versetzt. Nach Zusatz von 5 ml Ammoniumchlorid-Pufferlösung pH 10,0 R und etwa 50 mg Eriochromschwarz-T-Verreibung R titriert man mit Natriumedetat-Lösung ($0,1 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$) auf Blau.

1 ml Natriumedetat-Lösung ($0,1 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$) entspricht 8,14 mg ZnO.

Lagerung

Dicht verschlossen, vor Licht geschützt