

Zur Analyse des Dynamits.

Von

Dr. Scheiding.

Im Anschluss an den vorigen Vortrag sei es mir gestattet, auf einige Punkte bei der Analyse des Dynamits aufmerksam zu machen, welche leicht zu Fehlern Veranlassung geben können. Sind diese Fehlerquellen auch den Dynamit-Fachleuten bekannt, so kommen doch auch andere Chemiker zuweilen in die Lage, Dynamit zu untersuchen.

Meist handelt es sich dabei um die Bestimmung des Nitroglycerins und der Feuchtigkeit. Erstens wird bei der Analyse stets mit Äther ausgezogen, der Äther dann verdunstet, der Verdunstungsrückstand getrocknet und gewogen. Das Trocknen darf aber nur bei gewöhnlicher Temperatur über Schwefelsäure geschehen, nicht etwa, weil es gefährlich wäre, Nitroglycerin einer höheren Temperatur auszusetzen, denn auf 70 bis 80° wird es bei der für England vorgeschriebenen Hitzprobe auf Reinheit erwärmt, sondern weil sich Nitroglycerin selbst schon bei 40 bis 50° nicht unbedeutend verflüchtigt. Man wird daher bei Anwendung der Wärme zum Trocknen des extrahierten Nitroglycerins ein zu niedriges, bei der Feuchtigkeitsbestimmung aber ein zu hohes Resultat erhalten.

Die mineralischen Bestandtheile des Dynamits sind Kieselguhr, Schwerspath und in geringerer Menge Soda, kohlensaure Magnesia oder Kreide. Der Schwerspath ist durchaus nicht als Verschlechterung oder gar Verfälschung zu betrachten, da er bei guter Kieselguhr nothwendig ist, um dem Dynamit die zur vortheilhaften Sprengwirkung erforderliche Weichheit zu geben.

Handelt es sich um die Frage, ob in dem Dynamit ausser Nitroglycerin noch eine andere, in Äther ebenfalls lösliche Substanz enthalten ist, so wird man deren Gehalt an Nitrat-Stickstoff und erforderlichenfalls an Gesamt-Stickstoff nach der Dumas'schen Methode zu bestimmen haben.

Erstere Bestimmung kann auf bekannte Art im Lunge'schen Nitrometer geschehen. Dasselbe ist, namentlich in Verbindung mit dem gleichfalls von Lunge ersonnenen Gasvolumeter, ein sehr practisches Instrument, wo es sich darum handelt, in Fabrik-Laboratorien bei täglichem Gebrauch schnelle Bestimmungen auszuführen. Dann gehört aber grosse Übung und ein sehr guter Apparat dazu, andernfalls kann man, ohne

es zu bemerken, bei nicht ganz dichtem Hahnschluss in Folge der grossen Druckschwankungen beim Schütteln mit Quecksilber leicht zu viel oder zu wenig finden.

Ich habe mehrere Nitrometer unter Händen gehabt, deren Dreiweghahn durchaus nicht meinen Ansprüchen genüge und ziehe das Schulze-Tiemann'sche Verfahren vor, welches ich durch eine besondere Gasbürette glaube handlicher gemacht zu haben.

Bei Untersuchung von Nitroglycerin ist dann allerdings der Kolben nur mit etwas Wasser und einem Theile der im Ganzen erforderlichen Eisenchlorürlösung luftleer zu kochen und erst hierauf das Nitroglycerin einzusaugen, dann muss mit ein paar cc concentrirter Schwefelsäure nachgespült, der Rest der Eisenlösung und endlich die Salzsäure eingesogen werden. Man kann sich dazu an Stelle des abwärts gebogenen Röhrchens eines sehr kleinen Scheidetrichters mit engem und kurzem Ausflussrohr bedienen, wenn dessen Hahn gasdicht schliesst.

Die Analyse des Gelatinedynamits ist weniger einfach; es sind in diesem 3 bis 4 verschiedene Nitrate: Nitroglycerin, Collodiumwolle und — was allerdings selten zu bestimmen sein dürfte — deren Gehalt an Schiesswolle, sowie endlich Salpeter enthalten.

Das erste Lösungsmittel muss Äther sein, welcher die Gelatine zerstört; dann ziehe ich den der Menge nach in zweiter Linie kommenden Salpeter mit Wasser und hierauf, nachdem getrocknet, die Collodiumwolle mit kaltem Essigäther aus. Kommt es in Ausnahmefällen auf den Gehalt an Schiesswolle an, so ist vorher mit Äther-Alkohol (2:1) zu extrahieren, bevor Essigäther, der beide nitrirten Cellulosen löst, genommen wird.

Diese Extraktionen nehme ich in einem kleinen, mit Stopfen versehenen Scheidetrichter vor und lasse das Lösungsmittel wiederholt in kleinen Antheilen und jedesmal längere Zeit einwirken, bevor ich es ablasse.

Das wässrige Filtrat kann aber auch noch Soda enthalten, weshalb ich es auf ein bestimmtes Volumen fülle und in Antheilen desselben bestimme:

1. Gesamtgewicht durch Eindampfen u: s. w.
2. Alkalität durch Nitriren.
3. Nitrat-Stickstoff durch Einkochen dieses Antheils in dem Zersetzungskolben nach der Schulze-Tiemann'schen Methode, wodurch zu-

gleich die Luft aus demselben vertrieben wird. Da diese 3 Arbeiten zugleich gemacht werden, so erledige ich die Analyse schneller als mit dem Nitrometer.

Zum Auffangen des entwickelten Stickoxydes bediene ich mich, wie erwähnt, einer eigenen Bürette (vgl. auch Chemzg. 1890 No. 39), welche ich neuerdings abgeändert habe. Von der Verbindung des unteren Verschlussstücks mit dem Messrohr durch einen kurzen Gummischlauch bin ich nämlich zurückgekommen und lasse es unmittelbar anschmelzen; ferner verwende ich statt der 100 cc fassenden Kugel eine mehr cylindrische Form, welche gänzlich vom Kühler umgeben wird. Der Kühler selbst muss so weit sein, dass innerhalb desselben neben der Erweiterung ein an Nickeldraht hängendes Thermometer Platz hat. In den

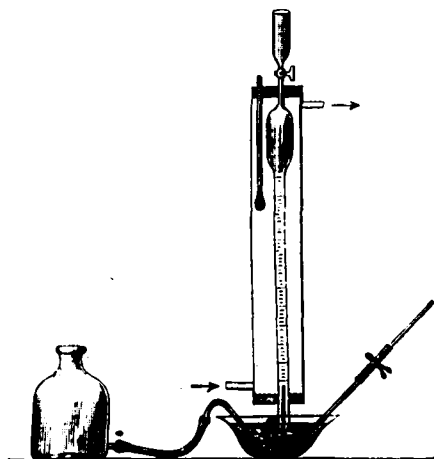


Fig. 266.

offenen Enden des Kühlrohrs wird die Bürette durch je einen Gummistopfen befestigt, der behufs Umlegung an einer Seite gespalten ist. Der untere dieser beiden Stopfen muss allerdings wasserdicht eingesetzt werden.

Diese Bürette ist der allgemeinsten Anwendung fähig, nicht allein zur Bestimmung des Nitrat-Stickstoffs nach Schulze-Tiemann im Trinkwasser, Salpeter und allen andern Nitraten, sondern auch zur Stickstoffbestimmung nach Dumas. Den gebräuchlichen Messrohren gegenüber hat sie den Vorzug, dass die Lauge sich nicht erwärmt, gegen die Luft abgeschlossen ist und niemals umgefüllt zu werden braucht, so lange ihre Dichte nicht unter 1,10 herabgesunken ist, und dass die Hände nicht mit ihr in Berührung kommen.

Die Bürette findet, gleich dem Nitrometer, in 2 Formen Verwendung: Zum allgemeinen Gebrauch ohne Kugel, mit

Theilung von 0 bis etwa 80 cc und zu besonderen Zwecken für Salpeter, Schiesswolle u. s. w. mit Theilung von 100 bis 180 cc. Sie wird von der Firma Dr. Robert Muencke, Berlin angefertigt.

Wenn die genannten Stoffe extrahirt sind, verbleiben noch Holzmehl, ein mineralischer, säurebindender Zusatz: Kreide oder kohlensaure Magnesia, wenn keine Soda angewandt war, ferner oft rother Bolus und zuweilen noch Schwerspath, der bei Gelatinedynamit aber entschieden als Verfälschung zu bezeichnen ist. Die Bestimmung dieser Zusätze ergibt sich von selbst.

Quantitative Bestimmung des Fluors.

Von

Heinrich Offermann.

Eine der schwierigsten Aufgaben der analytischen Chemie ist die quantitative Bestimmung des Fluors, namentlich in solchen Mineralien, welche bei der Zersetzung mit Schwefelsäure ausser Fluorwasserstoff noch sonstige Gase abgeben, wie Kohlensäure, Salzsäure. Auch liegen oft Mineralien vor, die ausser diesen Stoffen noch organische Substanz enthalten.

Viele Chemiker haben sich die Aufgabe gestellt, eine Methode ausfindig zu machen, welche allen zu stellenden Anforderungen an eine gute Methode genügen soll, ohne dies Ziel mehr oder weniger erreicht zu haben.

Wöhler (Poggend. Ann. 1839 Bd. 48, 87) bestimmt das Fluor, indem er das Mineral mit conc. Schwefelsäure und Kieselerde gemengt einer geeigneten Temperatur aussetzt, und das entweichende Fluorsilicium durch eine mit geschmolzenem Chlorcalcium gefüllte und mit einer feinen Spitze versehene Röhre entweichen lässt. Die letzten Reste an Fluorsilicium entfernt er unter der Glocke einer Luftpumpe. Aus dem Gewichtsverluste, den der vorher gewogene Apparat zeigt, berechnet er das Fluor. Selbstverständlich ist diese Methode nur anwendbar für solche Mineralien, die bei der Behandlung mit Schwefelsäure keine sonstigen Gase abgeben, ferner ist das Gewicht des ganzen Apparates ein so grosses, dass Fehler beim Abwiegen nicht zu vermeiden sind.

Fresenius (Z. anal. 5, 190) gebührt das Verdienst, die beste und fast ausschliesslich