

Praktische Methode zur Bestimmung des Salpetergehaltes im Schiesspulver.

Von **Franz Uchatius**,

k. k. Artillerie-Hauptmann.

(Mit 1 Tafel.)

Ein vorkommender Fall, wo mir die Bestimmung des Salpetergehaltes in mehr als 200 von Privat-Fabriken eingelieferten Pulvergattungen aufgetragen wurde, und zugleich die Absicht, ein Mittel zu finden, mittelst welchem die Bestimmung des Salpetergehaltes von den zur Pulverübernahme Angestellten gleich bei der Einlieferung auf den Übernahmeposten selbst vorgenommen werden könnte, veranlassten mich eine Methode anzuschauen, welche diesen Zweck mit voller Genauigkeit, geringem Zeitaufwande und ohne Anwendung schwierig zu erzeugender oder zu handhabender Instrumente erreichen lässt.

Ich übergebe diese Methode hiemit der Öffentlichkeit, in der Hoffnung, dass die in selber enthaltene Combination von Dichte-Bestimmung und Massanalyse auch zu anderweitigen Zwecken Anwendung finden dürfte.

Vorgang im Allgemeinen.

20 Grammen Pulver werden sammt beiläufig 50 Grammen Bleischrotten in eine Flasche gebracht, 200 Grammen Brunnenwasser ¹⁾ mittelst einer tarirten Saugpipette zugesetzt, die Flasche wohl verstopft und durch 8 Minuten geschüttelt; worauf die Lösung des Salpeters im Pulver vollständig erfolgt ist.

Die erhaltene Salpeterlösung wird durch graues Fliesspapier filtrirt, 172 Grammen des Filtrates mit einer zweiten Saugpipette abgemessen, in ein dünnes Becherglas gebracht, ein Thermometer eingesenkt, und die Lösung auf die Normal-Temperatur (welche nahe der gewöhnlichen Zimmer-Temperatur liegt) gebracht. Ein gläserner Schwimmer wird nun eingesenkt, welcher so construirt ist, dass er, wenn das Pulver 75 Procent = 15 Grammen Salpeter enthält, bei der Normal-Temperatur gerade noch im Stande ist, zur Oberfläche empor-

¹⁾ Die Methode musste für Brunnenwasser eingerichtet werden, weil auf den auswärtigen Posten destillirtes Wasser nicht zu Gebote steht.

zusteigen, durch den Zusatz von 3—4 Tropfen Wasser aber schon zu Boden fällt. Mittelst einer graduirten Saugröhre setzt man nun bestimmte Quantitäten zweier Probelösungen Nr. 1 oder 2 zu, welche einer Verminderung oder Vermehrung des Salpetergehaltes im Pulver um ein oder mehrere Zehntel Procente entsprechen, bis der Schwimmer die oben angegebene Stellung einnimmt. Der Procentengehalt an Salpeter im Pulver ist nun gefunden, wenn man die durch den Zusatz verursachte Verminderung zu 75 hinzuaddirt, oder die Vermehrung von 75 abzieht.

Bei Sprengpulvern, welche circa 60 Procente Salpeter enthalten, wägt man anstatt 20 Grammen, 25 Grammen Pulver ab, und verfährt weiter ganz so wie bei den anderen Pulvergattungen, nur muss das erhaltene Resultat $75 \pm n$ mit $\frac{4}{5}$ multiplicirt werden.

Das rasche Zubodenfallen des Schwimmers zeigt dem einiger-massen Geübten sogleich an, dass mehrere Procente Salpeter fehlen, und dass man von der Probelösung Nr. 1 sogleich ganze oder mindestens halbe Procente zusetzen kann, so wie das stetige Beharren des Schwimmers an der Oberfläche einen anfänglichen Zusatz der Probelösung Nr. 2 in ganzen oder halben Procenten zulässig macht.

Sollte durch zu grossen Zusatz der einen oder andern Probelösung die Normal-Dichte nach ein oder der anderen Richtung überschritten worden sein, so kann dies leicht durch Zusatz nach entgegengesetzter Richtung wieder corrigirt werden, nur darf man nicht unterlassen, alle Zusätze der Lösung Nr. 2 als positiv, und alle Zusätze der Lösung Nr. 1 als negativ in Rechnung zu bringen. Wenn mehrere Bestimmungen hinter einander gemacht werden, und die Auflösung des Pulvers in mehreren Flaschen schon vorläufig erfolgt ist, so dauert eine Salpeterbestimmung höchstens $\frac{1}{4}$ Stunde, und liefert eine Genauigkeit bis auf 0·001 des Salpetergehaltes.

Auflösung des Salpeters im Pulver.

Die zu untersuchenden Pulvergattungen werden aus der Mitte des Fasses in Quantitäten von beiläufig 100 Grammen geschöpft und damit keine Veränderung im Wassergehalte eintrete, in gut verstopften Flaschen während der Dauer der Untersuchung an einem Orte, der keiner grossen Temperatur-Veränderung ausgesetzt ist, aufbewahrt.

Die Bestimmung des Wassergehaltes geschieht bei Untersuchungen, welche alle Pulverbestandtheile umfassen, durch Trocknen einer

gewägten Quantität im Wasserbade, kann aber bei Übernahms-Untersuchungen, wo es sich bloss darum handelt, wieviel Salpeter in dem gelieferten Pulver — so wie es ist — enthalten sei, hinwegbleiben.

Jedenfalls kann aber zur Salpeter-Bestimmung von dem in der Flasche aufbewahrten ungetrockneten Pulver genommen, und wenn es nöthig ist, der Wassergehalt in Rechnung gebracht werden.

Von jeder Pulversorte werden zweimal 20 Grammen in einem Porzellanschälchen abgewogen, und mit Hilfe eines Glastrichters und Haarpinsels in die zur Auflösung bestimmten, mit eingeriebenen Glasstöpfeln versehenen Flaschen von circa 1 Litre Inhalt gebracht. Der Zusatz einer hinlänglichen Quantität Bleischrotte dient zum Zerkleinern der Pulverkörner beim Schütteln, und fördert hiedurch sehr die vollkommene Lösung des Salpeters.

Das Wasser ist von ein und demselben Brunnen zu nehmen, und zwar ist immer eine grössere Quantität desselben auf ein Mal zu schöpfen und in verschlossenen Flaschen in demselben Lokale aufzubewahren, wo die Untersuchung vorgenommen wird; da es möglich ist, dass das Wasser von demselben Brunnen, jedoch zu verschiedenen Zeiten geschöpft, verschiedene Dichte hat. — Das Abmessen des Wassers nach dem Volumen macht nothwendig, dass auch auf seine Temperatur Rücksicht genommen werde; — sie soll nicht mehr als 1 oder 2 Grade entfernt von der mittleren Zimmer-Temperatur 14° R. liegen; welches sich bei dem obigen Vorgange von selbst ergibt.

Die Form der Pipette, welche, wenn sie bis zu dem Striche *a* vollgesaugt ist, 200 Grammen Wasser fasst, ist in Fig. I der Tafel zu ersehen. Man bringt dieses Volumen Wasser, indem man die obere Öffnung der Pipette mit dem befeuchteten Zeigefinger zuhält, ohne Verlust auf das Pulver in den Auflöse-Flaschen, verstopft dieselben gut, und schüttelt sie durch 8 Minuten. — Gut ist es, wenn 10 bis 12 Flaschen zu Gebote stehen, welche gleich wie sie leer werden, immer wieder mit Pulver und Wasser beschickt werden, wo dann das Pulver mehrere Stunden lang mit dem Wasser in Berührung bleibt, ehe abfiltrirt wird. Um Irrungen vorzubeugen, ist es rathsam auf jede Flasche einen Zettel aufzukleben, auf welchem die Nummer der eingefüllten Pulvergattung jedesmal verzeichnet ist.

Kurz vor der Salpeterbestimmung wird die Lösung auf ein Filter aus grauem Löschpapier ausgeleert, so das nur die Bleischrotte

und möglichst wenig von dem Pulverrückstande in der Flasche zurückbleiben. Die ausgeleerten Flaschen werden verstopft gehalten bis man wieder neues Pulver einträgt, damit die zurückgebliebene Salpeterlösung in selben sich nicht durch Verdunsten concentrirte. Man erspart hiedurch die Mühe und Zeit, welche das Auswaschen und Trocknen der Flaschen beanspruchen würde.

Haben zwei nach einander folgende Pulvergattungen gleichen Salpetergehalt, so entsteht durch das Nicht-Auswaschen der Flaschen gar kein Fehler, erst wenn die zurückgebliebene Salpeterlösung 5 Grammen und die Differenz der zwei auf einander folgenden Pulversorten 5% im Salpetergehalte beträgt, entsteht ein Fehler von 0.1 Procent.

Die Construction des Schwimmers.

Man lässt durch einen Glasbläser mehrere solche Körper wie sie die Fig. II, *a* darstellt, erzeugen, und richtet dieselben auf folgende Weise für den Gebrauch ein:

15 Grammen trockenen reinen Salpeters werden in eine trockene Flasche gefüllt und mit der Pipette Fig. I, 200 Grammen Brunnenwasser hinzugefügt. Die wohlverschlossene Flasche wird bis zur gänzlichen Lösung geschüttelt, der Inhalt durch graues Fliesspapier filtrirt, und in das Becherglas Fig. III gebracht. Ein Thermometer wird eingesenkt und die Normal-Lösung durch Eintauchen in kaltes oder warmes Wasser auf die Temperatur von 15° R. gebracht. Man trägt durch das noch offene Röhrchen so viel Quecksilber ein, dass der Schwimmer in der Normallösung dermassen eintaucht, dass nur das obere Drittel des engen Röhrchens aus der Flüssigkeit hervorragt. Man zieht nun das Röhrchen an der Stelle, bis zu welcher es eintauchte zu einem Haarröhrchen aus, und bricht letzteres ab, — Fig. II, *b*, — bringt den Schwimmer neuerdings in die Normallösung, und vermehrt oder vermindert dessen Gewicht durch das noch offene Haarröhrchen so lange bis letzteres nur unbedeutend mehr über die Flüssigkeit hervorragt, hebt den Schwimmer aus der Flüssigkeit heraus, erwärmt ihn im Ganzen über einer Weingeistlampe und schmilzt dann das Ende des Haarröhrchens zu. Fig. II, *c*.

Zum Herausfischen des Schwimmers dient der in Fig. IV abgebildete Kupferdrath.

Nach diesem Vorgange wird der Schwimmer so ziemlich gleiche Dichte mit der Normallösung zwischen 14 und 16 Grade R. haben,

Um weiteres hat man sich vorläufig nicht zu kümmern, da die genaue Bestimmung seiner Normaltemperatur an dem Orte der Untersuchung selbst und mit dem dort vorhandenen Brunnenwasser geschehen muss.

Wäre der Schwimmer doch zu leicht, so dass er noch bei 16° Temperatur aus der Normallösung hervorragt, so darf man nur eine Stelle seines Röhrehens in der Spitze einer kleinen Weingeistflamme erweichen. Das oben erwähnte Erwärmen des ganzen Schwimmers vor dem Zuschmelzen verursachte, dass derselbe nun mit verdünnter Luft gefüllt ist, und die erweichte Stelle des Röhrehens durch den äusseren Luftdruck eingebogen, das Volumen des Schwimmers hierdurch verkleinert, und folglich dessen Dichte vergrössert wird.

Wäre der Schwimmer zu schwer, so dass er selbst bei 14° R. in der Normallösung noch zu Boden fällt, so müsste die zugeschmolzene Spitze wieder geöffnet und das anfängliche Verfahren wiederholt werden.

Die Aufindung der Normaltemperatur.

Für jeden Schwimmer und für jede auf einmal geschöpfte Quantität Brunnenwasser muss die Normaltemperatur an dem Untersuchungsorte selbst bestimmt werden.

Man bereitet sich durch Auflösen von 15 Grammen trockenen reinen Salpeters in 200 Grammen des Wasservorrathes auf oben angegebene Weise eine Normallösung, senkt ein viertelgradiges Thermometer und den Schwimmer ein, und sucht durch abwechselndes Erwärmen und Erkalten der Lösung jenen Punkt des Thermometers, bei welchem der Schwimmer sehr langsam zur Oberfläche emporsteigt. Man nimmt den Schwimmer heraus, wischt ihn sorgfältig ab, um alle Luftbläschen zu entfernen, senkt ihn neuerdings ein, und sieht nach, ob hiedurch keine Veränderung eingetreten sei. Bringt hierauf der Zusatz von 3 bis 4 Tropfen Wasser ein Niedersinken des Schwimmers hervor, so ist die abgelesene Temperatur die normale für diesen Schwimmer und dasselbe Wasser. Ist der Wasservorrath aufgearbeitet, und muss neues geschöpft werden, so kommt auch die Normaltemperatur aufs Neue zu bestimmen, wesshalb es vortheilhaft ist, gleich ein bedeutendes Wasserquantum auf ein Mal in Vorrath zu nehmen.

Die Genauigkeit des Thermometers ist bei dieser Methode ohne Einfluss, da immer nur ein und derselbe Punkt desselben in Betrachtung kommt.

Das Anhängen von Luftbläschen kommt bei Salpeterlösungen, die aus Pulver gewonnen sind, nicht vor, indem die Kohle alle Luft, welche aus dem Wasser bei der Lösung des Salpeters entweicht, absorbiert.

Die Bestimmungen des Salpetergehaltes.

Von dem klaren Filtrate einer auf obige Weise bereiteten Pulverlösung werden mit einer Saugpipette, deren Form der in Fig. I abgebildeten gleicht, deren Volumen jedoch entsprechend kleiner ist, 172 Grammen (d. i. $\frac{4}{5}$ der ganzen Lösung: 15 Grammen Salpeter + 200 Grammen Wasser = 215 Grammen) aufgesaugt und in das Becherglas Fig. III gebracht.

Der Fehler, welcher hier begangen wird, wenn das Pulver mehr oder weniger als 15 Grammen Salpeter enthält, ist ohne Einfluss, da das Volumen der Lösung für die Differenz von einigen Procenten Salpeter sich nur äusserst wenig ändert.

Das Thermometer wird eingesenkt, die Normaltemperatur hergestellt, der Schwimmer eingetaucht, und Probelösung Nr. 1 oder 2 zugesetzt, bis die Normaldichte erreicht ist.

Da der Salpetergehalt in 20 Grammen 75 percentigen Pulvers 15 Grammen beträgt, so folgt daraus, dass eine Hinzugabe oder Hinzunahme von 200 Millig. Salpeter den Gehalt in der ganzen Lösung um $\frac{1}{75}$ steigern oder verringern muss. Da jedoch nur $\frac{4}{5}$ der ganzen Lösung in Untersuchung gezogen werden, so reichen schon 160 Millig. Salpeter hin, um eine Veränderung von 1 Percent zu bewirken.

Die Probelösung Nr. 1 wird erzeugt, indem 20 Grammen Salpeter mit 200 Grammen Wasser in einer der Auflöseflaschen übergossen und die vollständige Lösung durch Schütteln bewirkt wird. Die Flasche ist mit dem Zeichen — (Minus) zu bezeichnen, da die Zusätze aus selber einen Abgang an Salpeter auf den normalen Gehalt von 75 Procent anzeigen.

Ein Theil der Probelösung Nr. 1 kann man sich zusammengesetzt denken aus 0·9772 Normallösung und 0·0228 trockenen Salpeter. Der Zusatz von Normallösung hat keinen Einfluss, wenn zu Ende die ganze Lösung zu Normallösung wird, es kommen bloss die 0·0228 trockenen Salpeter in Rechnung, und es folgt daraus, dass um den Salpetergehalt der 172 Grammen Lösung um 1 Procent zu erhöhen, oder um 160 Millig. trockenen Salpeters zuzusetzen, $\frac{160}{0\cdot0228} = 7\cdot017$ Grammen Probelösung Nr. 1 zugefügt werden müssen.

Hat das Pulver mehr als 75 Procente Salpeter, so muss der Überschuss durch Wasserzusatz in Normallösung verwandelt werden, damit die Normaldichte eintrete. 160 Millig. Salpeter erfordern aber: $15 : 200 = 160 : x$, $x = 2133$ Millig. Wasser, um in Normallösung verwandelt zu werden, woraus ersichtlich ist, dass ein Zusatz von 2133 Millig. Wasser einem Mehrgehalte von 1 Procent Salpeter gleichzusetzen ist.

Es ist deshalb die Probelösung Nr. 2 so eingerichtet, dass ein Volumen derselben = 7017 Millig. besteht aus: 2133 Millig. Wasser und 4884 Normallösung. Sie wird erzeugt, indem man 10184 Millig. Salpeter in 200 Grammen Wasser löset. Die Flasche, in welcher sie aufbewahrt wird, ist mit dem Zeichen + bezeichnet. Für beide Probelösungen dient ein und dieselbe Saugröhre Fig. V; sie ist für ganze, so wie auch für 0·1 Procente bezeichnet.

Bei den Schlussbeobachtungen ist auf genaues Einhalten der Normaltemperatur zu sehen; da $\frac{1}{4}^{\circ}$ Temperatur-Abweichung beiläufig 0·2 Procent Salpetergehalt entspricht. Auch ist es gut, sich jedesmal zu überzeugen, wenn der Schwimmer an die Oberfläche emporgestiegen ist, ob 0·1 Procent Wasserzusatz denselben wieder zum Herabsinken bringt.

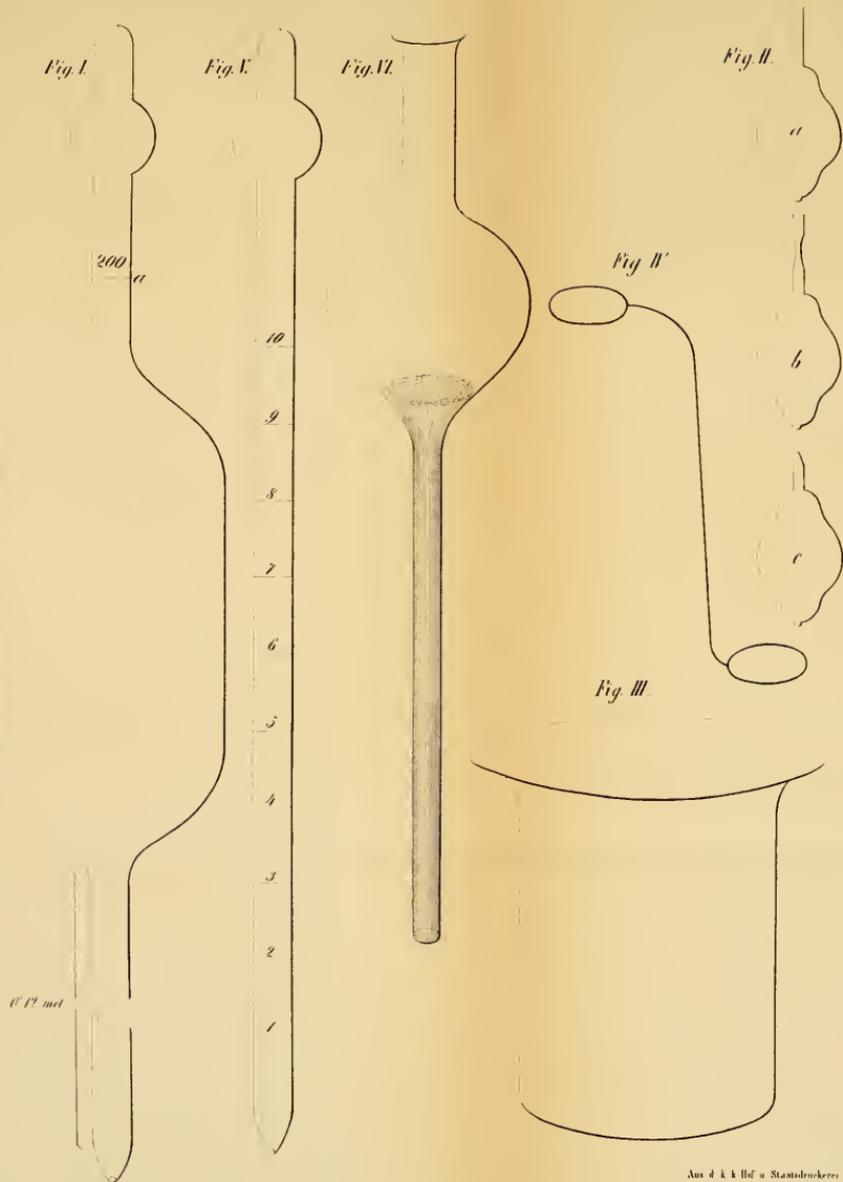
Bei Pulver, welches mehr als 75 Procente Salpeter enthält, ist es rathsam, den Zusatz an Probelösung Nr. 2 in halben Procenten zu geben, und wenn dann der Schwimmer zu Boden gefallen ist, so lange Probelösung Nr. 1 in 0·1 Procente zuzusetzen, bis er eben in die Höhe steigt. Wie schon früher erwähnt, ist jeder Zusatz von Nr. 1 als — und jeder Zusatz von Nr. 2 als + in Rechnung zu bringen.

Die zweite Portion Lösung von derselben Pulvergattung dient nur als Controle, ob nicht etwa eine Unvollkommenheit in der Lösung des Salpeters oder eine Irrung eingetreten sei.

Man bringt 172 Grammen des Filtrates in das Becherglas, und fügt sogleich das Ganze bei der ersten Portion Gefundene an Probelösung Nr. 1 oder 2 zu, bringt auf die Normaltemperatur und senkt den Schwimmer ein. In den meisten Fällen wird gar keine Correction mehr nöthig sein, oder sie wird höchstens 1 Zehntel Procent ausmachen. — Dies war wenigstens bei der Untersuchung von mehr als 200 Pulvergattungen der Fall.

In 20 dieser Pulvergattungen wurde der Salpetergehalt bei jeder zwei Mal auf gewöhnliche Art durch sorgfältiges Extrahiren des

Lehmann. Praktische Methode zur Bestimmung des Salpetergehaltes.



Jeder zwei Mal auf gewöhnliche Art durch sorgfältiges Extrahiren des

Salpeters mit heissem Wasser, Abdunsten der Lösungen und Wägen des Salpeters bestimmt. Die Differenzen waren so unbedeutend, dass die Genauigkeit der neuen Methode keinem Zweifel mehr unterliegt.

Bei letzterer Arbeit wendete ich mit Vortheil einen Verdräng-Apparat von der in Fig. VI abgebildeten Form an, welcher auch zum Extrahiren des Schwefels aus dem Pulver mittelst Schwefelkohlenstoff, und überhaupt überall wo man Verdräng-Apparate braucht, sehr gute Dienste leistete.

Die gewöhnlich im Gebrauch stehenden Verdrängröhren, bestehend in einer cylindrischen Röhre, welche unten konisch ausgezogen ist, und deren konischer Theil durch einen Baumwollpfropf verstopft wird, geben dadurch Schwierigkeit, dass man nicht im Stande ist, den Pfropf, welcher das Filter bildet, gleichförmig dicht einzusetzen. Er ist gewöhnlich zu locker, und lässt Kohle mit durchpassiren, oder er ist zu fest, und das Filtriren geht ausserordentlich langsam.

Bei dem in Fig. VI, abgebildeten Apparate ist dies nicht der Fall. Der untere Theil desselben besteht aus einem engen Röhrechen, in welches eine bestimmte Anzahl Fäden von gesponnener Schafwolle (sogenannter Berlinerwolle) eingezogen sind. Die zweckmässige Anzahl dieser Fäden ist durch einige Versuche bald ermittelt, und bleibt dann für denselben Apparat immer dieselbe. Man lässt die Fäden im Innern des Apparates etwas vorstehen, damit sie eine Art Quaste bilden, und schneidet sie unten mit dem Röhrechen gleich ab.

Auf diese Art ist es möglich, ein Filter von immer gleicher Durchdringlichkeit herzustellen. Die Verengerung des oberen Theiles bietet das Mittel den Apparat dicht verstopfen zu können, wenn man beabsichtigt, die Lösung durch Schütteln zu befördern oder das Ausfliessen auf eine Zeit zu verhindern.

Bei Anwendung flüchtiger Lösungsmittel kann der Inhalt des Apparates durch einen seitwärts daran geleiteten Strahl von Wasserdampf auf bequeme Art zum Sieden gebracht werden.

ZOBODAT - www.zobodat.at

Zoologisch-Botanische Datenbank/Zoological-Botanical Database

Digitale Literatur/Digital Literature

Zeitschrift/Journal: [Sitzungsberichte der Akademie der Wissenschaften mathematisch-naturwissenschaftliche Klasse](#)

Jahr/Year: 1853

Band/Volume: [10](#)

Autor(en)/Author(s): Uchatius Franz von

Artikel/Article: [Praktische Methode zur Bestimmung des Salpetergehaltes im Schiesspulver \(Mit I Tafel.\). 748-755](#)