Beispiele. 500 mg KNO_3 ergaben:

		Gefunden	Berechnet	
109,6 cc	$\left. \begin{array}{l} \\ \end{array} \right\} \times 0,127 =$	13,92 %	13,86 %	Nitratstickstoff.
110,4 «		14,02 «	13,86 «	

500 mg NH_4NO_3 ergaben:

		Gefunden	Berechnet	
139,5 cc	$\left. \begin{array}{l} \\ \end{array} \right\} \times 0,127 =$	17,7 %	17,50 %	Nitratstickstoff.
141,0 «		17,9 «		

Ueber die Verwendung des Apparates zur Bestimmung kleinster Mengen von Salpetersäure, sowie der salpetrigen Säure werden baldigst weitere Mittheilungen folgen. Schliesslich bemerke ich noch, dass das beschriebene Gasvolumeter nebst Gebrauchsanweisung von der Firma W. Schieb in Heilbronn, genau nach meinen Angaben gefertigt, bezogen werden kann und dass dieselbe den Apparat unter Musterschutz gestellt hat.

Heilbronn a. N., Laboratorium des Verfassers, Juni 1893.

Zur Analyse von Siliciumkarbid.

Von

Dr. Otto Mühlhaeuser.

Auf dem amerikanischen Markte kommt gegenwärtig unter dem Namen »Carborundum« ein Schleifmittel in den Handel, welches in Folge seiner diamantähnlichen Eigenschaften dazu berufen scheint, Diamantbort und Korund theilweise, beziehungsweise ganz, zu ersetzen. Die Feststellung der Zusammensetzung des neuen Minerals gehört zu den schwierigeren Aufgaben, welche an einen Chemiker heran treten können. Diese Schwierigkeit liegt weniger in der schliesslichen Ermittlung der Bestandtheile, als vielmehr in der Art und Weise wie das zu analysirende Muster »analysenfähig« gemacht wird. Die ausserordentliche Härte des Materials erschwert naturgemäss die Zertrümmerung zur genügenden Feinheit, das heisst zu einem Pulver, welches einerseits von schmelzenden Alkalien, andererseits von passenden Oxydationsmitteln vollkommen aufgeschlossen,

beziehungsweise verbrannt wird. Die Erreichung dieses Feinheitsgrades gelingt mit alleiniger Anwendung der Achatschale nicht. Man muss vielmehr das durch Reiben erhaltbare Mehl durch Schlämmen mit destillirtem Wasser von gröberen Antheilen trennen und diesen combinirten Mahl-Schlamm-Process so lange fortsetzen, bis das ganze Muster aufgearbeitet ist. Das dauert, selbst bei Verarbeitung kleiner Mengen, Tage. Das Zerstossen der Krystalle nimmt man zweckmässig im Stahlmörser vor, das feinere Zermahlen in der Achatschale. Das Schlämmen führt man am besten in der Weise aus, dass man das Mehl in einer $2\frac{1}{2}$ l fassenden Stöpselflasche mit etwa 2 l Wasser mehrere Minuten lang heftig durchschüttelt, dann eine »gegebene« Zeit absitzen lässt und schliesslich das, was in Suspension bleibt, durch Decantiren in ein Becherglas vom Bodensatz trennt. Letzteren, den in der Stöpselflasche verbleibenden Rest, trocknet, pulverisirt und schlämmt man in der beschriebenen Weise. Man führt diese Operationen so lange aus, bis das ganze Muster aufgearbeitet ist.

Betreffs der Zeit des Absitzenlassens in der Stöpselflasche ist zu bemerken, dass wenn man nur Siliciumbestimmungen ausführen will, ein eine Minute langes Absitzenlassen genügt. Man bereitet in diesem Falle Einminutenpulver, das heisst Pulver, das sich 1 Minute lang in Wasser suspendirt hält. Für Kohlenstoffbestimmungen muss man Fünfminutenpulver darstellen, Pulver, das sich 5 Minuten lang im Wasser schwimmend erhält. Die Darstellung des letzteren ist äusserst zeitraubend und mühsam.

Bestimmung des Kohlenstoffs.

Um den zur Kohlenstoffbestimmung nöthigen Feinheitsgrad ausfindig zu machen, habe ich Ein-, Zwei-, Drei-, Vier- und Fünfminutenpulver von ein und demselben Präparate bereitet, mit Bleichromat gemischt verbrannt und dabei folgende Resultate erhalten:

Einminutenpulver:	0,2752 g Substanz	gaben	0,2505 g CO ₂
Zweiminutenpulver:	0,2519 «	«	« 0,2390 «
Dreiminutenpulver:	0,2652 «	«	« 0,2688 «
Vierminutenpulver:	0,2553 «	«	« 0,2657 «
Fünfminutenpulver:	0,2494 «	«	« 0,2717 «

Die Formel Si C verlangt 30 % C.

Der Einfluss des Feinheitsgrades der Pulver auf die Verbrennlichkeit ist aus der vorstehenden Tabelle ersichtlich.

In Sauerstoff kann das Karbid nicht verbrannt werden, mit einer Mischung von Kaliumbichromat und Bleichromat verbrennt es zu schnell, explosionsartig, wird dagegen das Siliciumkarbid vom erwähnten Feinheitsgrade mit Bleichromat allein gemischt und erhitzt, so verbrennt es in einer geeigneten Art und verhältnissmässig schnell.

Die Verbrennungen werden wie folgt ausgeführt:

Man wäge 250—350 *mg* der Substanz ab, bringe dieselbe in einen Porzellanmörser, mische mit der 20fachen Menge feinem Bleichromatpulver und bringe die innige Mischung in die vorbereitete Verbrennungsröhre. Letztere ist etwa 70 *cm* lang und zu einer Spitze ausgezogen. Vor dem Einfüllen der Mischung wird die Röhre unter einem Winkel von 45° in die Klammer eines Statives gespannt, mittelst eines Glasstabs ein wohl ausgeglühter Asbeststopfen nicht allzu fest nach dem unteren Ende der Röhre geschoben und letztere zu etwa ein Viertel mit grob gestossenem Bleichromat aufgefüllt. Darauf giesst man durch einen abgeschnittenen Trichter die Mischung ein, spült den Mörser mehrmals mit Bleichromat aus und füllt endlich die Röhre etwa $\frac{2}{3}$ — $\frac{3}{4}$ voll. Dann bildet man durch Aufklopfen eine Gasse und führt die Verbrennung wie gewöhnlich durch, anfangs unter mässiger, später unter voller Flammenentfaltung.

Bestimmung des Siliciums.

Das Aufschliessen der Substanz geschieht am besten mit einer Soda-Pottasche-Mischung, welche der Formel NaKCO_3 entspricht. Man mischt 1 Theil, etwa 400 *mg*, Substanz mit 4 Theilen Kalinatroncarbonat im Platintiegel durch vorsichtiges Drehen des Tiegels in schiefer Lage und erhitzt die Mischung sehr allmählich zum Schmelzen. Erhitzt man zu rasch, so steigt die Masse über. Es ist am besten, nicht auf die Zeit zu achten, und wie folgt zu arbeiten:

Man erhitzt erst mit sehr schwacher Flamme, etwa 1 Stunde lang, bis die Masse absolut trocken ist, dann erhöht man die Flamme und erhitzt so stark, dass die Masse bakt, nach weiteren 2 Stunden macht man die Flamme noch grösser, so dass im unteren Theile des Tiegels

ein mässiges Schmelzen, im oberen nur ein starkes Sintern der Masse stattfindet. Schliesslich bringt man allmählich die ganze Masse in mässigen, nach einiger Zeit in vollen Fluss. Die ganze Operation dauert etwa 6 Stunden und verläuft sehr schön. Das Siliciumkarbid verändert sich im Sinne der Gleichung:

es bildet sich Natriumsilicat und freier Kohlenstoff, welcher im Laufe der Schmelze verbrennt. Oeffnet man den Tiegel während der Schmelzung, so verbindet sich der nascirende Kohlenstoff mit dem Sauerstoff der Luft explosionsartig.

Aus der Schmelze scheidet man die Kieselsäure in bekannter Weise ab und bestimmt im salzsauren Filtrate Eisenoxyd, Thonerde u. s. w., falls solche vorhanden sein sollten.

Ein sehr reines Carborundum-Präparat, das fast ganz aus reinem SiC bestand, gab in obiger Weise zerkleinert und analysirt folgende Zahlen:

C		30,20 %
Si		69,10 «
Al ₂ O ₃	}	0,46 «
Fe ₂ O ₃		
CaO		0,15 «
MgO		0,09 «

Chicago, im Juni 1893.

Zur Bestimmung des Nicotins im Tabak.

Von

Dr. Richard Kissling.

Wenn man ein Anklang findendes analytisches Verfahren veröffentlicht hat, so wird man von Zeit zu Zeit veranlasst, dasselbe gegen Angriffe zu vertheidigen. Auch mir ist es nicht erspart geblieben, für die Brauchbarkeit meiner Methode zur Bestimmung des Nicotins im Tabak hin und wieder eine Lanze brechen zu müssen. Bis jetzt ist es mir gelungen, die, allerdings nur vereinzelt, abfälligen Beurtheilungen meines Verfahrens als unberechtigt zurückzuweisen, und ich meine, dass es auch