

Thonsorten etc.) und solche mit wirksamen Zusätzen (neben einem indifferenten Aufsaugemittel, oder auch ohne ein solches, noch Holzkohle, Harz, Schwefel, Salpeter etc. enthaltend.)

Bei den Sprengmitteln, welche mit indifferenten, in Aether unlöslichen Zusätzen hergestellt sind, bietet die Bestimmung des Nitroglycerins keine Schwierigkeiten dar. H. Schwarz*) empfiehlt, eine gewogene Menge der Substanz mit wasserfreiem Aether zu extrahiren, den Aetherauszug in einer gewogenen Platinschale bei gelinder Wärme zu verdampfen und zu wägen. Der auf einem tarirten Filter gesammelte Rückstand kann dann ebenfalls gewogen und eventuell nach bekannten Methoden weiter auf seine Bestandtheile untersucht werden. Desselben Verfahrens bedienen sich auch Champion und Pellet.***) Sie verwenden zu einem Versuche etwa 30 Grm. Substanz.

Die mit wirksamen Zusätzen bereiteten Sprengmittel (Lithofracteur, Dualin etc.) bieten dann bei der Bestimmung des Nitroglycerins einige Schwierigkeiten dar, wenn sie Bestandtheile, welche nebst dem Nitroglycerin in den Aetherauszug übergehen, also namentlich Harz, enthalten. Für den letzteren Fall, also zur Trennung des Harzes vom Nitroglycerin empfehlen Champion und Pellet (a. a. O.) folgendes Verfahren. Man löst den gewogenen, durch Verdampfen des Aetherauszuges erhaltenen Rückstand wieder in Aether, giesst diese Flüssigkeit in eine kochende Lösung von 20 Grm. krystallisirten kohlensauren Natrons in 500 CC. destillirten Wassers und schüttelt um; das Harz wird gelöst während das Nitroglycerin sich abscheidet. Man decantirt die überstehende, das Harz enthaltende Lösung und fügt die Waschwasser hinzu, dann versetzt man nach und nach mit Salzsäure bis zum Vorwalten, wodurch das Harz gefällt wird. Man sammelt dasselbe auf einem tarirten Filter, trocknet und wägt es. Zieht man das Gewicht des Harzes von dem des durch Verdampfen des Aetherauszuges erhaltenen Rückstandes ab, so ergibt sich die Menge des Nitroglycerins. Will man dasselbe direct durch Wägung bestimmen, so muss es zuvor mittelst Filtrirens durch Kochsalz entwässert werden.

Ueber die Werthbestimmung des Graphites. Handelt es sich nur um die Ermittlung des Kohlenstoffgehaltes, in einem Graphite, so bedient man sich entweder der Verbrennung mit Kupferoxyd im Sauerstoff-

*) Dingler's pol. Journ. 205, 429.

**) Monit. scientif. [3] 3, 1036.

strom, oder mit chromsaurem Bleioxyd oder aber — wie dies im hiesigen Laboratorium geschieht — der Verbrennung auf nassem Wege mit Chromsäure und Schwefelsäure. Für technische Zwecke hinreichend genau ist auch die Methode, welche Berthier zur Bestimmung des Heizwerthes der Brennmaterien angewandt und welche Schwarz*) zur Werthbestimmung der Graphitsorten empfohlen hat — Schmelzen der Substanz mit Bleiglätte, welche natürlich kein metallisches Blei enthalten darf, und Wägen des erhaltenen Bleiregulus.

Häufig sollen aber im Graphit, ausser dem Kohlenstoff, auch die übrigen Bestandtheile quantitativ ermittelt werden. Um diesen Zweck durch eine einzige Analyse, also mit Umgehung der erwähnten «Bleiarbeit» zu erreichen, empfiehlt G. C. Wittstein**) folgendes Verfahren.

1 Grm. des feingepulverten Graphites wird zur schwachen Rothgluth erhitzt und der dadurch entstandene Gewichtsverlust als Wasser in Rechnung gebracht. Hierauf reibt man den Rückstand mit 3 Grm. eines Gemenges von gleichen Aequivalenten kohlen-sauren Kalis und kohlen-sauren Natrons innig zusammen, schüttet das Ganze in einen Platintiegel, legt auf die Oberfläche des Pulvers 1 Grm. Kalihydrat (oder Natronhydrat) und erhitzt langsam bis zum Glühen. Die Masse kommt dabei in's Schmelzen, bläht sich auf und bildet oben eine Kruste, welche von Zeit zu Zeit mit einem starken Platindrath hinuntergestossen werden muss. Nach halbstündigem Schmelzen lässt man erkalten, weicht die Masse mit Wasser auf, erwärmt den Brei $\frac{1}{4}$ Stunde lang bis fast zum Kochen, filtrirt, wäscht gut aus und stellt die gesammte Flüssigkeit bei Seite.***)

Der mit Wasser ausgelaugte Filterinhalt wird getrocknet in ein Kölbchen gethan, die Asche des Filters, an dem Spuren der Substanz haften geblieben sind, hinzu gefügt und etwa 3 Grm. Salzsäure von 1,12

*) Diese Zeitschrift 3, 215.

**) Dingler's pol. Journ. 216, 45.

***) Das Schmelzen mit den Alkalien bezweckt die vollständige Aufschliessung der an und für sich in Säuren unlöslichen Beimengungen wie Thon und Quarz. Ob die Thonerde dabei ganz oder theilweise oder gar nicht in die alkalische Lauge übergeht, ist gleichgültig, weil sie bei der nachfolgenden Behandlung mit Salzsäure jedenfalls gelöst wird. Die Kieselsäure dagegen sollte vollständig in Lösung gehen; es konnte dies in Anbetracht der verwendeten Beschickung auch zuversichtlich erwartet werden, und doch ist es dem Verfasser nicht ganz gelungen. Eine zweite Schmelzung des Rückstandes würde demselben den kleinen Rückhalt von Kieselsäure ohne Zweifel entziehen, aber es ergab sich im weiteren Verlaufe der Arbeit, dass dieser Umweg nicht nöthig sei.

spec. Gew. eingegossen. Nach einigen Minuten bemerkt man eine schwache Gelatinirung des Kolbeninhaltes, herrührend von der Zersetzung des noch gegenwärtigen kleinen Rückstandes von Kieselsäure oder vielmehr Alkalisilicat, welcher durch das Waschen mit Wasser sich nicht wegnehmen liess. Wenn man jedoch noch ein wenig Salzsäure hinzutropft, so verschwindet die Gallerte wieder und die Kieselsäure bleibt dann gelöst. Nach etwa einstündiger Digestion verdünnt man mit Wasser, filtrirt, wäscht aus und hat jetzt den reinen graphitischen Kohlenstoff auf dem Filter, welcher nach dem Trocknen und schwachen Glühen gewogen wird.*)

Das saure Filtrat vereinigt man mit dem oben erhaltenen alkalischen, setzt noch so viel Salzsäure hinzu, dass die Mischung stark sauer reagirt, verdunstet zur Trockne und ermittelt Kieselsäure, Thonerde, Eisenoxyd etc. in bekannter Weise.

Schliesslich theilt Wittstein noch die Resultate der nach dem beschriebenen Verfahren ausgeführten Analysen zweier Graphitsorten mit.

Es wurden erhalten in Procenten:

	I.	II.
C	58,04	68,20
Si O ₂	13,10	5,33
Al ₂ O ₃	10,70	6,11
Fe ₂ O ₃	2,74	2,20
Ca O	0,05	0,03
Mg O	Spur	Spur
aq.	1,82	5,60
Verlust (C)	13,55	12,53
	100,00	100,00

Sämmtlicher Kohlenstoff betrug also in I 71,59 % in II 80,73 %.

Aus diesen beiden Analysen ergibt sich klar, dass bei dem Wittstein'schen Verfahren der Graphitanalyse von einer directen Bestimmung des Kohlenstoffes gar keine Rede sein kann, vielmehr nur von einer Differenzbestimmung. In Analyse I sind $\frac{4}{5}$ des vorhandenen Kohlenstoffes

*) Dass der Graphit selbst bei dem Glühen mit den Alkalien nicht unangegriffen bleiben würde, war vorauszusehen und bestätigte sich durch das anhaltend starke Aufblähen der Masse. Der dadurch entstehende Verlust an Kohlenstoff ist aber auf das Resultat der Analyse, nach Wittstein's Ansicht, in so fern ohne wesentlichen Einfluss, als alle übrigen Bestandtheile durch Wägen bestimmbar sind, der schliesslich sich ergebende Verlust daher als Kohlenstoff angenommen und dem erhaltenen Kohlenstoffe zuaddirt werden kann.

durch Wägung, das andere 5tel aus dem Verluste bestimmt, in Analyse II $\frac{5}{6}$ des vorhandenen Kohlenstoffes durch Wägung, $\frac{1}{6}$ aus dem Verluste. Es erscheint deshalb ganz überflüssig die nach Wittstein's Methode erhaltene Hauptmenge des Kohlenstoffes zu wägen; man wird vielmehr, wenn man sich nicht damit begnügen will, den Kohlenstoff überhaupt aus der Differenz zu bestimmen, in einer besonderen Portion eine Kohlenstoffbestimmung nach einer der bewährten Methoden auszuführen haben.

Bezüglich der Kohlenstoffbestimmung im Graphit macht Joh. Stingl*) gelegentlich einer Arbeit über den Graphit darauf aufmerksam, dass die Bestimmung nach Art der Elementaranalyse stets der aus dem Glühverluste vorzuziehen sei. Letztere Methode involvirt immer Fehler, wenn die Graphite kohlen-sauren Kalk, Schwefeleisen und Eisenoxydhydrat als Aschenbestandtheile enthalten, was sehr häufig der Fall ist. Welche Differenzen man im Kohlenstoffgehalte bekommen kann, je nachdem man die gebildete Kohlensäure wägt oder den Kohlenstoff aus der Differenz bestimmt, zeigen folgende, vom Verfasser mitgetheilte Beispiele:

1) Graphit aus Soda-Rohlauge gab:

Glühverlust:	Direct bestimmt:
C = 81,08 Proc.	79,7 Proc.

Die Asche war nach dem Verbrennen des Graphits blutroth und enthielt Eisenoxydul.

2) Graphit von Kallwang im Paltenthale in Steiermark gab:

Aus d. Differenz:	Direct bestimmt:
C = 43,6 Proc.	41,97 Proc.

Dieser Graphit enthielt 6,4 Proc. kohlen-sauren Kalk.

3) Graphit von St. Lorenzen in Steiermark gab:

Aus d. Differenz:	Direct bestimmt;
C = 68,6 Proc.	69,1 Proc.

Dieser Graphit enthielt 2,10 Proc. Kupferkies.

Ueber Klärung der Schlammwasser bei Bodenanalysen. Die bei geringen Geschwindigkeiten abgeschlammten feinen Theile des Bodens setzen sich in reinem Wasser schwer und nur langsam ab, so dass man für gewöhnlich diesen Theil aus der Differenz bestimmt. Es ist jedoch wünschenswerth, denselben zur Controle der Analyse auch wägen zu können. Alex. Müller schlägt einen Zusatz von Ammoniakseife vor,

*) Ber. d. deutsch. chem. Ges. z. Berlin 6, 391.