

**Zeitschrift:** Allgemeine schweizerische Militärzeitung = Journal militaire suisse =  
Gazetta militare svizzera

**Band:** 9=29 (1863)

**Heft:** 18

**Artikel:** Zur Methodik der Pulveranalyse

**Autor:** Lohner, A.

**DOI:** <https://doi.org/10.5169/seals-93402>

### **Nutzungsbedingungen**

Die ETH-Bibliothek ist die Anbieterin der digitalisierten Zeitschriften. Sie besitzt keine Urheberrechte an den Zeitschriften und ist nicht verantwortlich für deren Inhalte. Die Rechte liegen in der Regel bei den Herausgebern beziehungsweise den externen Rechteinhabern. [Siehe Rechtliche Hinweise.](#)

### **Conditions d'utilisation**

L'ETH Library est le fournisseur des revues numérisées. Elle ne détient aucun droit d'auteur sur les revues et n'est pas responsable de leur contenu. En règle générale, les droits sont détenus par les éditeurs ou les détenteurs de droits externes. [Voir Informations légales.](#)

### **Terms of use**

The ETH Library is the provider of the digitised journals. It does not own any copyrights to the journals and is not responsible for their content. The rights usually lie with the publishers or the external rights holders. [See Legal notice.](#)

**Download PDF:** 21.11.2024

**ETH-Bibliothek Zürich, E-Periodica, <https://www.e-periodica.ch>**

## zur Methodik der Pulveranalyse.

(Von A. Lohner, Artillerieleut.)

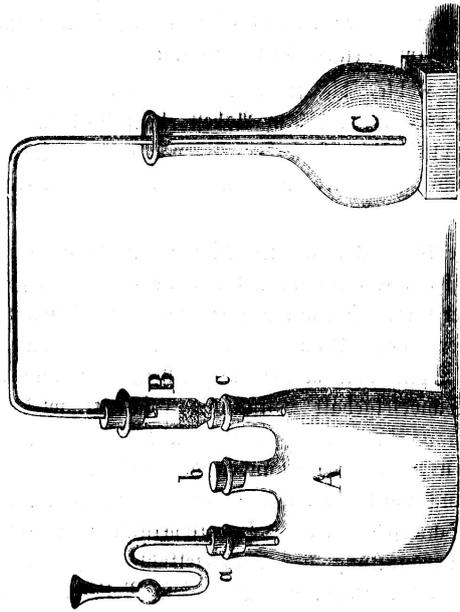
Die gegenwärtig im Gebrauch stehenden Methoden zur quantitativen Bestimmung der Bestandtheile des Schießpulvers stimmen in dem Gange der Arbeit wohl alle insofern überein, daß die Löslichkeit des Salpeters in Wasser zunächst zur Trennung desselben von den übrigen Ingredienzien benützt wird und differiren hauptsächlich in der Wahl des Lösungsmittels für den Schwefel, als welches die einen Schwefelkohlenstoff, die andern einfach Schwefelammonium in Anwendung ziehen, die Kohle wird in der Mehrzahl der Fälle auf dem Wege der Ausschließung, nämlich aus dem Gewichtsverluste bestimmt. Diese Methode leidet übrigens an einigen Uebelständen, welche die Genauigkeit des Resultates in Berücksichtigung der kleinen Quantitäten, die gewöhnlich zur Analyse verwendet werden, nicht unerheblich gefährdet, so zwar, daß die von dem analytischen Chemiker gefundenen Prozentverhältnisse der einzelnen Bestandtheile von dem Praktiker als fehlerhaft und unter Umständen selbst als unbrauchbar verworfen werden.

Zu diesen Uebelständen gehört nun zunächst derjenige, daß das Pulver während der ersten Auskochung mit Wasser in so außerordentlich feinen Staub zerfällt, daß sich fast keine Sorte von Filtrirpapier ausfinden läßt, welches nicht einen Antheil der Kohle mit durch seine Poren gehen ließe, so daß sich die gewonnene Salpeterlösung durch einen schwarzen Niederschlag verunreinigt findet, welcher das Gewicht des Salpeters nach dem Verdampfen der Flüssigkeit etwas vergrößert, dasjenige der rückständigen Kohle etwas vermindert erscheinen läßt. Dasselbe störende Moment tritt nun bei der nachfolgenden Behandlung des Rückstandes mit Schwefelkohlenstoff oder Schwefelammonium abermals ein, so daß der per Exclusion gefundene Prozentsatz der Kohle wesentlich zu gering ausfällt.

Die Trennung des Schwefels aus dem Gemenge mit der Kohle wird aber, besonders bei Anwendung des Schwefelkohlenstoffs als Lösungsmittel, noch durch die Flüchtigkeit dieses letztern erschwert, indem das rasche Verdampfen desselben bald eine Efflorescenz von Schwefel an den Rändern des Filtrums und häufig auch am Trichter bedingt, welche durch einen Ueberschuß des angewandten Lösungsmittels nicht immer wieder zu gewinnen ist, und wird dieser Nachtheil meist auch dadurch, daß man die Operation in geschlossenen Räumen, z. B. unter Glaslocken vornimmt, nicht ganz beseitigt; besonders weil man während des unvermeidlichen Auswaschens häufig genöthigt ist Luft zu treten, resp. Schwefelkohlenstoff-Dampf entweichen zu lassen. Das Phänomen wird auch beim Gebrauche von alkoholischer Lösung des Schwefelkohlenstoffs nicht ganz beseitigt. Diese Schwierigkeit tritt nun bei der Anwendung von Schwefelammonium als Lösungsmittel nicht ein; allein es ist auch dieser Methode immerhin der Vorwurf zu machen, daß ein Bestandtheil nur durch Abzug gefun-

den wird, so daß die Kontrolle über die Genauigkeit der gemachten Arbeit jedenfalls wegfällt.

Ich habe deshalb, um diese Uebelstände zu beseitigen im chemischen Laboratorium der Hochschule in Bern Versuche darüber angestellt und unter der Leitung des Herrn Prof. Dr. Schwarzenbach einige neue Methoden der Schießpulver-Analyse erprobt. Nachdem ich einige Zeit lang ohne den gewünschten Erfolg gearbeitet, kam ich auf die Anwendung des sogen. Vibra'schen Apparats, mit Hülfe dessen ich nun sehr erfreuliche Resultate erzielte; etwas abweichend von dem Original ist der von mir angewandte Apparat im Wesentlichen folgendermaßen zusammengesetzt:



A stellt eine kleine dreihalsige Flasche von dünnem Glas dar, durch den Pfropf a mit einer Sicherheitsröhre, die etwas Quecksilber enthält, versehen, durch den Pfropf c mit einem trichterförmigen Gläschen B, welches durch Ausziehen eines gewöhnlichen Reagensgläschens hergestellt wurde, in Verbindung gesetzt; letzteres kommuniziert durch eine Gasleitungsröhre mit der Flasche C, welche so gestellt sein muß, daß die Röhre bis auf den Boden derselben reicht. Die untere kleine Oeffnung des Gläschens B wird mit etwas Asbest verstopft, jedoch nicht zu fest, so daß eine Flüssigkeit leicht durchfiltriren kann, über demselben befindet sich das gewogene Quantum Schießpulver. Die Flasche A, deren Gewicht bekannt ist, enthält eine beliebige Menge Schwefelkohlenstoff, der bei schwacher Erwärmung, am besten mit einer kleinen Weingeistflamme oder einem nicht zu heißen Wasserbad verdunstet, sich in Dampfform durch das Gläschen B und somit durch das Pulver Weg bahnt und in der Flasche C wieder zur Flüssigkeit verdichtet wird.

Hört die Erwärmung bei A auf, so steigt in Folge des verdünnten Lufttraumes in A der Schwefelkohlenstoff aus C zurück, indem er wieder, diesmal aber in flüssigem Zustande, seinen Weg durch das Pulver nimmt.

Man kann durch abermalige Erwärmung des Glases A die Destillation wieder einleiten und dieselbe Operation beliebig wiederholen bis man überzeugt sein kann, daß der Schwefel vollständig ausgezogen ist. Man läßt nun allen Schwefelkohlenstoff aus der Flasche A über destilliren und behält nach der vollständigen Vertreibung des Dampfes den ganzen Schwefelgehalt daselbst zurück, die Gewichtszunahme von A giebt die Menge des gefundenen Schwefels an.

Der Rückstand im Gläschen B, aus Kohle und Salpeter bestehend, wird wiederholt mit heißem Wasser übergossen, das Filtrat, welches den Salpeter in Lösung enthält in einem gewogenen Gefäße oder wenn ein Luftbad zur Verfügung steht, in der Flasche selbst zur Trockne verdampft und seine Quantität wie im vorigen Fall bestimmt.

Die Kohle, die schließlich noch im Gläschen B, dessen Gewicht mit dem Asbest ebenfalls bekannt ist, zurückbleibt, wird in der Wärme bis zu konstantem Gewicht getrocknet und durch Abzug der Tara ermittelt.

Die Vortheile, die diese Methode in Bezug auf Genauigkeit und Einfachheit bietet, liegen auf der Hand; bei der Extraktion mit Schwefelkohlenstoff behalten die Pulverförner vollkommen ihre Form und es wird auch keine Spur von Kohle mitgerissen, dem ungeachtet der Schwefelgehalt vollständig erschöpft wird; nur hat man sich vorher zu überzeugen, wie dieß übrigens unter allen Umständen der Fall sein muß, daß der angewandte Schwefelkohlenstoff keinen aufgelösten Schwefel enthält. Der Uebelstand, die freiwillige Verdunstung des Schwefelkohlenstoffs auf dem Filtrum betreffend, ist durch diese Methode ebenfalls beseitigt.

Bei der Ausziehung des Rückstandes mit heißem Wasser hat mir der Asbestpfropf als Filtrum vollkommen befriedigende Dienste geleistet, so daß jedenfalls der Kohlengehalt ganz genau und zwar direkt bestimmt werden kann. Es ist also ersichtlich, daß durch wesentlich vereinfachte Manipulationen bei der direkten Bestimmung sämtlicher Bestandtheile ein kontrollfähiges Resultat erzielt wird, indem die Summe der für die einzelnen Ingredienzien erhaltenen Zahlen die angewendete Quantität ergeben muß und jede Abweichung von dieser Größe der Gesamtheit der Fehler angeht.

Der größern Deutlichkeit halber wollen wir den Gang der Analyse an einem Beispiel verfolgen:

Menge des angewandten Pulvers 2 Gramm. Die Flasche A wiegt an meinem Apparat 17,545 Gramm; nach vollständiger Verdunstung des Schwefelkohlenstoffs 17,725 Gramm, mithin Schwefel gefunden 0,18 Gramm = 9 %. Das Röhrchen B mit Asbestpfropf 3,655 Gramm. Nach vollständiger Erschöpfung mit Wasser und Verdampfung des Filtrates betrug die Gewichtszunahme der Flasche A gleich Salpeter 1,551 Gramm = 77,5 %, diejenige des Röhrchens B gleich Kohle nach dem Austrocknen 0,269 = 13,5 %.

Schließlich mag bemerkt werden, daß diese Me-

thode allerdings darin die Unvollkommenheit aller andern theilt, daß ein Theil der in der Kohle enthaltenen Aschenbestandtheile während des Auslaugens mit Wasser in Lösung übergeht, so daß der Auszug immer Schwefelsäure- und Chlorhaltig gefunden wird, während der angewandte Salpeter diese Reaktionen nicht zeigt. Für alle technischen Zwecke kann jedoch die dadurch bedingte Gewichtszunahme des Salpeters gänzlich außer Acht gelassen werden.

Selbstverständlich ist hier nur von Untersuchungen solchen Pulvers die Rede, dessen hygroskopische Feuchtigkeit bereits vorgängig in bekannter Weise bestimmt und entfernt wurde.

### Bericht des Herrn Oberstlieut. Lecomte über den Krieg in Nordamerika an das eidgen. Militärdepartement.

(Schluß.)

Am 16. zog sich Burnside ohne Verfolgung wieder hinter den Rappahannock zurück; ein Uebergang, der in der gegebenen Lage gegenüber einem kühnen Feinde ebenso verderblich als der über die Verecina hätte werden können; doch Dank der gut getroffenen Anordnungen und besonders der Unthätigkeit Lees, konnte er glücklich bewerkstelligt werden.

Seither ist auf diesem Theile des Kriegstheaters alles ruhig. Der Rappahannock bildet die Gränze zwischen den Kriegführenden, deren Vorposten sich ungefähr auf gleicher Höhe gegen die Berge ziehen.

Gleichzeitig waren die westlichen Streitkräfte in Kentucky, Tennessee und längs dem Mississippi nicht unthätig gewesen und obschon die Operationen dieses Theils des Kriegstheaters keiner einheitlichen Leitung unterworfen waren, daher auch nur unwichtige Resultate erreicht haben, ist es doch am Platze einiges davon zu sagen.

Die Eröffnung des Feldzuges war für die Armee des Nordens günstig gewesen und ließ bedeutende Erfolge voraus sehen. Von seinen Generalen, besonders von Pope und Mitchell, tüchtig unterstützt, hatte Halleck das Kentucky und Tennessee vollständig wieder erobert und war mit Hilfe der Kanonenboote bis in Staat Alabama und an die Gränzen von Südkarolina vorgeedrungen. Nachher hatten seine Generale Grant, Buell, dann Rosenkrantz, einen schwierigen Stand.

Während die Unionisten immer nur vorwärts drangen, Front gegen Süden und Westen machend, in der Absicht einerseits mit Hilfe der Flottille das Mississippi-Thal wieder zu gewinnen und andererseits den Staat Alabama besetzt zu halten, hatten sich in ihrem Rücken bedeutende Guerillabanden des Feindes gebildet, die ihre Verbindungen ernstlich bedrohten. Sieh allmählig zusammenziehend, hatten diese