

### 132. A. Wohl: Manometer mit Nullpunkteinstellung und Visirloupe.

[Aus dem I. Berl. Universitäts-Laborat.]

(Eingeg. am 29. Januar 1903; vorgetr. in der Sitzung vom 13. October 1902.)

Wenn man eine grössere Anzahl Druckbestimmungen nach einander auszuführen hat, wie es für das früher<sup>1)</sup> beschriebene Verfahren der gasometrischen Analyse erforderlich ist, so wird die Benutzung des gewöhnlichen U-Rohr-Manometers unbequem, weil jede Druckbestimmung zwei Ablesungen erfordert. Es empfiehlt sich deshalb ein Manometer mit Nullpunkteinstellung zu wählen unter Benutzung des für Barometer etc. bewährten Principes, dass die Quecksilberoberfläche in dem einen Schenkel jedesmal bis zur Berührung mit einer feinen Spitze gehoben bzw. gesenkt wird, umso mehr, als ein solches Manometer, wie es Fig. 1 darstellt, sich mit sehr einfachen Mitteln herstellen lässt

In dem kleinen Glasgefäss *A*, das ca. 10-mal soweit ist als das in Millimeter getheilte Manometerrohr *B*, ist die Spitze, ein fein ausgezogenes schwarzes Glasstäbchen passender Länge neben einem Luftröhrchen mittels Kork befestigt. Zum Heben und Senken des Quecksilberniveaus dient ein kleiner, ganz mit Quecksilber gefüllter Gummiball *C* von ca. 4 cm Durchmesser, der durch Gummischlauch nebst Quetschhahn an ein T-Stück angeschlossen ist; Letzteres ist dann einerseits mit dem Gefäss *A*, andererseits mit dem Rohr *B* verbunden. Wird der Gummiball nun durch leichten Druck der Hand comprimirt und der Quetschhahn geöffnet, so steigt das Quecksilber in *A* und *B*; es sinkt wieder, wenn der Quetschhahn ohne Compression des Gummiballs geöffnet bleibt. Die Einstellung lässt sich am schärfsten so ausführen, dass man zunächst das Quecksilberniveau hebt, bis die Glasspitze ein wenig eintaucht, wobei sich um dieselbe ein concaver Meniscus bildet und dann das Niveau wieder sinken lässt, bis dieser Meniscus eben verschwindet.

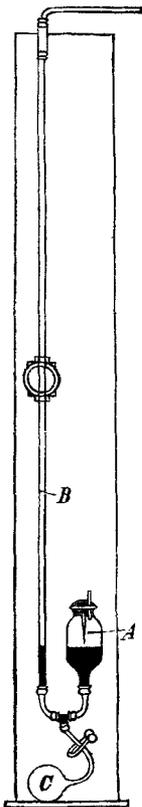


Fig. 1.

Gefäss *A* und Rohr *B* werden so zu einander befestigt, dass das Quecksilber in *B* genau auf 0 steht, wenn es in *A* die Spitze berührt. Vor jeder Ablesung wird dann das Niveau in *A* wieder auf die Spitze eingestellt; ändert sich hinterher, z. B. durch Absaugen der zusammen-gelaufenen Flüssigkeit aus dem Gaskolben, der Stand in *B* noch um einige Millimeter, so ist für diese Ablesung keine neue Ein-

<sup>1)</sup> Diese Berichte 35, 3485, 3493 [1902].

stellung auf die Spitze erforderlich, da eine Differenz von 0.1 mm in *A* erst bei einer Aenderung um 10 mm in *B* auftritt.

Es ist natürlich bequem, sich für die Ablesung einer Loupe zu bedienen<sup>1)</sup>; störend wirkt auch dann noch die Unsicherheit, die durch die Stellung des Auges bedingt wird. Zur Beseitigung dieser Fehlerquelle dient für feine Messungen bekanntlich die Ablesung mittels Fernrohrs am Kathetometer. Da es für alle gasometrischen Bestimmungen ausreicht, innerhalb einer Fehlergrenze von 0.1 mm (= ca. 0.015 pCt) abzulesen, so lässt sich die Störung auch völlig ausreichend beseitigen mittels einer Visirloupe mit Nonius, wie sie nachstehend beschrieben ist. Dieselbe beruht auf der bei Barometern gebräuchlichen Ablesung durch Visiren der Quecksilberkuppe zwischen zwei parallelen Kanten, durch deren Verschiebung auch ein Nonius parallel verschoben wird. Die Einrichtung lässt sich für den hier vorliegenden Zweck ziemlich einfach gestalten.

Ein Rohrstück *A* (Fig. 2 und 3) von ca 3 cm Durchmesser wird durch zwei verstellbare Führungshülsen *B* auf dem Manometer-

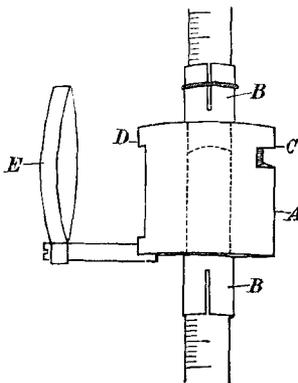


Fig. 2.

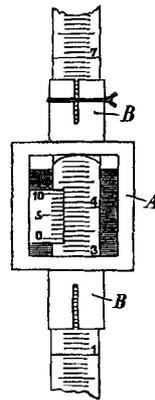


Fig. 3.

rohr gehalten, sodass es nicht von selbst gleitet, aber mit der Hand leicht verschoben werden kann. Seitlich ist an der Innenwand von *A* ein Nonius befestigt, der auf der Theilung des Rohres schleift und durch den vorderen weiten Ausschnitt beobachtet wird. An der Hinterwand von *A* ist ein schmaler horizontaler Streifen ausgeschnitten, dessen Oberkante *C* mit der Oberkante *D* des vorderen Ausschnittes in einer Ebene normal zur Verschiebungsrichtung liegt. Die beiden Oberkanten *C* und *D*, auf welche die Loupe *E* eingestellt ist, dienen

<sup>1)</sup> Es genügt alsdann, für das Manometerrohr 4–5 mm und dementsprechend für das Gefäss *A* 4–5 cm lichte Weite zu wählen.

zum Visiren auf die Quecksilberkuppe. Der Nullpunkt des Nonius muss natürlich in der Vertikalen genau um eine ganze Anzahl von Millimetern von den Oberkanten *C* und *D* entfernt sein. Für die Loupe ist ein so weites Gesichtsfeld zu wählen, dass auch die Nonius-*te*ilung durch dieselbe von oben bequem sichtbar ist.

Die kleine Vorrichtung<sup>1)</sup> ist nicht theuer und hat sich bei längerer Benutzung als sehr bequem und innerhalb der Fehlergrenze von 0.1 mm völlig zuverlässig bewährt

### 133. A. Wohl und O. Poppenberg:

#### Stickstoffbestimmung in Nitraten und Salpetersäureestern.

(Eingegangen am 29. Januar 1903.)

Für die Stickstoffbestimmung in Nitraten und Salpetersäureestern, wie sie als Basis des rauchlosen Pulvers dienen, stehen bisher die Schlösing'sche, von Schultze und Tiemann bearbeitete Methode und das Nitrometer von Lunge in Uebung. Erstere, die auf Zersetzung der Nitate und Salpetersäureester mittels Salzsäure und Eisenchlorür beruht, hat den Nachtheil, besonders bei gelatinirten Pulvern, sehr lange Zeit in Anspruch zu nehmen, und ist für die mit Nitroglycerin gelatinirten Pulver wegen der Flüchtigkeit des Nitroglycerins unanwendbar. Das Verfahren von Lunge erfordert einen verhältnissmässig theueren Apparat und das Arbeiten mit grösseren Mengen Quecksilber. Die Ergebnisse sind im Allgemeinen sehr zuverlässig, vor allem bei Benutzung des von demselben Autor empfohlenen, nicht graduirten Reactionsgefässes, während bei dem einfachen Nitrometer die genaue Ablesung nicht selten durch Schaumbildung oder Verunreinigungen der Schwefelsäure erschwert wird. Bei den durch Schwefelsäure quellenden Pulvern besteht die Schwierigkeit, dass sich der Hahn, durch den die Masse in das Zersetzungsgefäss eingesaugt wird, leicht verstopft. Das ist wohl mit ein Grund, dass in der Praxis vielfach die von Lubarsch<sup>2)</sup> angegebene Modification des Lunge'schen Nitrometers vorgezogen wird, bei der das Lösegefäss einen Ansatz des Zersetzungsgefässes bildet und die Masse besser durchgeschüttelt werden kann. Dieses Verfahren hat aber andere Fehlerquellen. Bei der Untersuchung von Schiesswollen und Pulvern, die kohlen-sauren Kalk enthalten, wird die frei-

<sup>1)</sup> Dieselbe hat auf meine Veranlassung der Mechaniker Habicht, Louisenstr. 50, angefertigt.

<sup>2)</sup> Programm des Friedrich-Realgymnasiums 1885.