

## Neue Vereinbarungen mit den Versuchsstationen und Handels- chemikern zwecks gemeinsamer Methoden.

verhandelt in Bremen 18. Sept. 1890.

### A. Die Vorbereitung der Proben im Laboratorium<sup>1)</sup>.

1. Trockene Proben von Phosphaten oder sonstigen künstlichen Düngemitteln dürfen gesiebt und dann gemischt werden.

2. Bei feuchten Düngemitteln, bei welchen dieses nicht zu erreichen ist, hat sich die Vorbereitung auf eine sorgfältige Durchmischung zu beschränken.

3. Bei Ankunft der Proben ist das Gewicht derselben zu bestimmen. Die eine Hälfte der Probe wird zur Analyse vorbereitet, die andere bis zur Höhe von 1 k in unvorbereitetem Zustande in dicht schliessenden Gläsern in einem kühlen Raume ein Vierteljahr, vom Tage der Absendung des Untersuchungsergebnisses gerechnet, aufbewahrt, so weit nicht durch besondere Verträge mit den Lieferanten der betreffenden Düngemittel oder sonstige Bestimmungen etwas anderes festgesetzt ist.

4. Bei Rohphosphaten und Knochenkohle soll zum Nachweis der Identität der Wassergehalt bei 105 bis 110° bestimmt werden. Bei Proben, welche während des Trocknens Ammoniak in irgend welcher Form verlieren können, ist dieses ausserdem zu bestimmen.

5. Es ist dahin zu wirken, dass, soweit es sich um die Feststellung des Gehalts bei der Controle handelt, den untersuchenden Chemikern nur sorgfältig entnommene, in dicht schliessende Glasgefässe verpackte Durchschnittsmuster von wenigstens 250 bis 500 g übersendet werden.

6. Das Gewicht der eingesendeten Proben ist in den Untersuchungsattesten anzugeben.

7. Bei Substanzen, welche beim Pulvern ihren Wassergehalt ändern, muss sowohl in der feinen, wie in der groben Substanz der Wassergehalt bestimmt und das Resultat der Analyse auf den Wassergehalt der ursprünglichen groben Substanz umgerechnet werden.

### B. Die Untersuchung phosphorsäurehaltiger Düngemittel.

1. Die Extraction der Superphosphate soll in der Weise geschehen, dass 20 g Superphosphat in eine Literflasche gebracht, mit 800 cc Wasser übergossen und 30 Minuten lang fortwährend und kräftig geschüttelt werden<sup>2)</sup>. Sodann wird mit Wasser bis

<sup>1)</sup> Vgl. d. Z. 1889, 694; 1890, 62. u. 286.

<sup>2)</sup> Hierzu wird eine mechanisch zu betreibende „Schüttelvorrichtung“ empfohlen; vgl. d. Z. 1889, 640.

zur Marke aufgefüllt, die gesammte Flüssigkeit kräftig durchgeschüttelt und filtrirt.

Die Einführung dieses Verfahrens erfolgt vom 1. Januar 1891 ab.

2. Die Lösungen von Doppelsuperphosphaten müssen vor der Fällung der Phosphorsäure mit Salpetersäure gekocht werden, um die etwa vorhandene Pyrophosphorsäure in dreibasische Phosphorsäure umzuwandeln. Auf 25 cc Lösung des Superphosphat sind 10 cc rauchende Salpetersäure zu verwenden.

3. Als Grundlage für alle Phosphorsäurebestimmungen ist die bewährte Molybdänmethode zu betrachten, und ist bei Schiedsanalysen nur diese Methode zulässig. Über die Anwendung der Citratmethode zur Bestimmung der löslichen Phosphorsäure der Superphosphate wird Folgendes den Beweis liefern: „das von der Commission gesammelte Material soll zunächst den einzelnen Verbandsmitgliedern zur Prüfung unterbreitet werden. Die nächste Generalversammlung wird alsdann über die ev. Einführung der Methode zu befinden haben.“

4. Für die Feuchtigkeitsbestimmung der Superphosphate werden 10 g der Probe 3 Stunden lang auf 100° erhitzt; der Gewichtsverlust gilt als Feuchtigkeit.

5. Zur Bestimmung der Phosphorsäure im Knochenmehl, Fischguano, Fleischdünger, Rohphosphaten und der Gesamtposphorsäure in Superphosphaten werden 5 g in 50 cc Königswasser gelöst, welches besteht aus 3 Th. Salzsäure von 1,12 spec. G. und 1 Th. Salpetersäure von 1,25 spec. G. oder mit 20 cc Salpetersäure von 1,42 spec. G. und 50 cc Schwefelsäure von 1,8 spec. G.  $\frac{1}{2}$  Stunde gekocht.

### C. Bestimmung von Eisen und Thonerde in Rohphosphaten und Guano.

Das Glaser'sche Verfahren<sup>3)</sup> wird vorläufig für maassgebend erklärt und soll die Einführung unverzüglich erfolgen.

Methode: 5 g Phosphat werden in bekannter Weise in 25 cc Salpetersäure von 1,2 spec. G. und in etwa 12,5 cc Salzsäure von 1,12 spec. G. gelöst und auf 500 cc gebracht. 100 cc Filtrat gleich 1 g Substanz werden in  $\frac{1}{4}$  Literkolben gebracht, dazu kommen 25 cc Schwefelsäure von 1,84 spec. G. Man lässt den Kolben etwa 5 Minuten stehen und schüttelt ihn einige Male, setzt dann etwa 100 cc Alkohol (95 proc.) zu und kühlt den Kolben ab, füllt dann mit Alkohol bis zur Marke auf und schüttelt gut durch. Hierbei findet Contraction statt. Nun lüftet man den Stöpsel, füllt abermals

<sup>3)</sup> Vgl. d. Z. 1889, 636.

mit Alkohol bis zur Marke auf und schüttelt von Neuem. Nach einstündigem Stehen wird filtrirt. 100 cc Filtrat gleich 0,4 g Substanz werden in einer Platinschale eingedampft, bis der Alkohol fort ist. Die alkoholfreie Lösung wird in einem Becherglase mit etwa 50 cc Wasser versetzt und zum Kochen erhitzt. Nun setzt man zu der Lösung Ammoniak bis zur alkalischen Reaction, aber, um ein zu starkes Aufbrausen zu vermeiden, nicht während des Kochens. Das überschüssige Ammoniak wird weggekocht. Man lässt erkalten, filtrirt ab, wäscht mit warmem Wasser aus, glüht und wägt phosphorsaures Eisenoxyd + phosphorsaure Thonerde.

#### D. Thomasschlacke.

a) Behufs Bestimmung der Phosphorsäure gehen die Ansichten über das lösende Mittel so weit auseinander, dass keine Einigung erzielt wird. Es ist das Aufschliessen mit conc. Schwefelsäure nicht mehr zu empfehlen als das Lösen in Salzsäure nach Müller'scher Vorschrift. Obgleich die Versuchstationen sich in Bonn 1889 für die Schwefelsäuremethode entschieden haben, so arbeiten doch mehrere Versuchstationen nach der Salzsäuremethode.

b) Die Ausführung der Feinmehlbestimmung in Thomasphosphatmehlen erfolgt nach der zu Bonn getroffenen Vereinbarung. Dieselbe lautet: 50 g Phosphatmehl werden in ein Sieb, dessen Siebfläche nicht unter 20 cm Durchmesser besitzt und aus dem Drahtgewebe No. 100 von Amandus Kahl, Hamburg (glattes Gewebe) hergestellt ist, gethan und 15 Minuten lang mit der Hand oder einer geeigneten Schüttelvorrichtung geschüttelt.

#### E. Die Untersuchung stickstoffhaltiger Düngemittel.

1. Der Stickstoff in Form von Blut, Fleischmehl und ähnlichen organischen Stoffen wird nach Kjeldahl'schem Verfahren oder mit Natronkalk bestimmt.

2. Der Stickstoff in Form von Ammoniak wird durch Destillation mit 5 proc. Natronlauge, Kalk oder Magnesia bestimmt, oder nach dem Kjeldahl'schen Verfahren.

3. Der Salpeterstickstoff in Gemischen ist nach Schlösing-Grandeau oder Lunge, der Gesamtstickstoff nach Kjeldahl-Jodlbauer oder einer ähnlichen Methode zu bestimmen.

Es wird darauf aufmerksam gemacht, dass im Peruguano, sowohl aufgeschlossenem, wie rohem, wegen des darin vorkommenden Salpetergehaltes der Stickstoff nach Kjeldahl-Jodlbauer oder einer ähnlichen Methode zu bestimmen ist.

4. Für die Bestimmung des Stickstoffs im Salpeter ist eine directe Methode anzustreben.

#### Brennstoffe, Feuerungen.

Der Koksöfen mit Wärmespeicherungskammer von M. Fromont (D.R.P. No. 54156) ist zum Verkoken halbfetter und magerer Kohlen bestimmt. Die unter den Kammern A und B (Fig. 294 bis 296) liegenden Wärmespeicherungsräume C und D sind mit feuerfesten Steinen ausgesetzt. Pfeile l zeigen den Gang der sich entwickelnden Gase, m den der Verbrennungsluft.

Zuvor wird der Ofen A B bis zur Rothglut erhitzt und alsdann bis zu einer gewissen Höhe durch die Fülllöcher Z mit Kohlen gefüllt. Die der Kohlenmasse entweichenden Gase folgen der Pfeilrichtung l und gehen durch die hohlen Thüren a b, um in die Wärmespeicherungskammer C zu gelangen, woselbst die Gase mit der Verbrennungsluft zusammentreffen. Diese Luft tritt durch die Öffnung d ein, um sich in dem Kanal k zu erwärmen, und durch die Öffnungen e, welche von verschiedenem, nach dem Innern des Ofens zu sich verjüngendem Querschnitt sind, in dem Verbrennungsraum C die Verbrennung der Gase zu bewirken. Die sich dadurch entwickelnde Hitze, sowie die aus dem Ofen selbst stammende Hitze wird den Kammern B durch die Seitenwände und der Kammer A durch die Sohle mitgetheilt. Das feuerfeste Material, welches die Einlagen bildet, speichert die überschüssige Hitze auf, um dieselbe bei der Entleerung und Füllung der Kammer abgeben zu können.

Sogleich nach einer neuen Füllung entwickeln sich die ersten Destillationsproducte in grosser Menge und gelangen in die Wärmespeicherungskammer C auf glühende Steine, um dort sich mit der nöthigen Luft zu vermischen und unter sehr hoher Hitzeentwicklung zu verbrennen. Diese sehr hohe Temperatur soll gestatten, die Dauer des Verkokungsprocesses bedeutend zu verkürzen. Die Verbrennungsgase ziehen durch die Kanäle f und durch den Sammelkanal nach der Esse ab. An den Mündungen der Kanäle f in den Sammelkanal befinden sich Dreh- oder Zugschieber h. Diese Schieber werden bei der Entleerung der Öfen geschlossen, um eine Abkühlung der Wärmespeicherungskammer zu verhüten. Nach einer neuen Füllung der Öfen werden die Ofenthüren geschlossen und die Schieber