

oder eine ähnliche einfache Zahl für den zu suchenden Körper bedeutete, nur könnte man meistens keine Normalgewichte einführen, weil häufig die Titrirflüssigkeit in ihrem Gehalt etwas wechselt, aber man könnte für jede neu hergestellte Titrirflüssigkeit, nachdem dieselbe gestellt ist, sich eine Normal-Tara schaffen, die dann eben so lange gilt, als die Titrirflüssigkeit ausreicht.

Ich habe vorbeschriebene Änderung zunächst nur für die Phosphatanalyse in Vorschlag gebracht, weil ich für dieses Gebiet ohne Umstände Belegzahlen liefern konnte.

Ein anderer Weg, der zu demselben Ziele führt, dass die Waage gleich die Procente direct indicirt, ist, dass man die Einwaage, wie sie jetzt üblich ist, beibehält, und den betreffenden Analysenfactor in die Pipetten hinein verlegt. Man braucht alsdann an dem jetzigen Analysenusus gar nichts zu ändern, als nur die Pipette.

Für die Superphosphatanalyse käme alsdann eine Pipette von 32 cem Inhalt zur Anwendung, die gleiche bei der Untersuchung der Thomasmehle auf Gesammtphosphorsäure. Und überall da, wo man 5 g Substanz auf einen halben Liter Lösung bringt, also bei Bestimmung der Gesammtphosphorsäure in Rohphosphaten, Knochenmehlen u. s. w. und bei der Bestimmung der citronensäurelöslichen Phosphorsäure nach Wagner müssten Pipetten von 64 cem Inhalt zur Anwendung kommen. Solche Special-Pipetten sind bei der Firma F. Tiessen, Fabrik chemischer Apparate, Breslau, zu haben; ihre Anwendung insbesondere bei der Phosphatanalyse bedeutet eine ziemlich wesentliche Zeitsparniss.

Ich überlasse es dem Urtheil der Fachgenossen, diese Vorschläge in Erwägung zu ziehen und sich event. für das eine oder andere der vorgeschlagenen Verfahren zu entscheiden.

Methoden zur Untersuchung künstlicher Düngemittel.

Von Dr. F. Kretschmer¹⁾, Abtheilungsvorsteher an der landwirtschaftlichen Versuchsstation zu Bonn.

Die in der Landwirtschaft verwendeten Kunstdünger werden nach ihrem Gehalte an Pflanzennährstoffen gehandelt, und es besteht deshalb für Käufer und Verkäufer in erster Linie das Bedürfniss, in jedem einzelnen Falle den Gehalt der in Rede stehenden Waaren genau festgestellt zu sehen.

Hierzu dienen die landwirtschaftlichen Versuchsstationen, und es wird vielleicht eine

kurze Schilderung der augenblicklich zur Ermittelung der einzelnen Pflanzennährstoffe gebräuchlichen, theilweise bedeutend abgekürzten Methoden, die Beschreibung einzelner Apparate u. s. w. im Zusammenhange von Interesse sein.

Ich beginne mit der Bestimmung der verschiedenen Arten des

Stickstoffs.

Der Salpeterstickstoff wird in wässriger Lösung durch Reduction mittels Natronlauge und Aluminiumblech und darauf folgendes Überdestilliren in vorgelegte Titrirschwefelsäure ermittelt. 10 g Salpeter werden zu 1 Liter gelöst. 50 cem der Lösung = 0,5 g Substanz werden mit 200 cem Wasser verdünnt und unter Zugabe von 20 cem Natronlauge und ca. 3 g Aluminiumblech im Destillationskolben bei vorgelegten 25 cem Titrirschwefelsäure 12 Stunden oder über Nacht sich selbst überlassen. Nach dieser Zeit ist die Reduction vollendet, der Stickstoff wird in Form von Ammoniak überdestillirt und von der Titrirschwefelsäure absorbirt.

Durch Zurücktitiren mittels verdünnter Natronlauge unter Verwendung von Methylorange als Indicator findet man den an die Schwefelsäure gebundenen Ammoniak beziehungsweise Salpeterstickstoff.

Der Ammoniakstickstoff wird bestimmt, indem wir beim schwefelsauren Ammoniak 0,5 g, bei Mischdüngern 1 g in Arbeit nehmen. Die Lösung wird mit 200 cem Wasser und einer genügenden Menge gebrannter Magnesia (3—4 g) versetzt, das Ammoniak in 25 cem vorgelegte Titrirschwefelsäure überdestillirt und weiter wie beim Salpeterverfahren.

Der organische Stickstoff, sowohl in löslicher, als auch in unlöslicher Form, wird nach der Methode Kjeldahl-Wilfahrt bestimmt.

1 g Substanz wird mit concentrirter Schwefelsäure und Quecksilber aufgeschlossen, das Quecksilber mit Schwefelkalium gefällt, mit Natronlauge alkalisch gemacht und der Stickstoff in Form von Ammoniak, wie vorhin, abdestillirt u. s. w.

Bei Guano und anderen Düngemitteln, bei denen Rücksicht auf einen etwaigen geringen Gehalt an Salpeterstickstoff genommen werden muss, welcher nicht für sich allein, sondern mit dem übrigen Stickstoff zusammen als Gesamtstickstoff bestimmt werden soll, wird statt der Schwefelsäure Phenolschwefelsäure zum Aufschliessen angewendet.

Der bei den Stickstoffbestimmungen benutzte Destillationsapparat besteht aus einer Glasröhre von ca. 2 cm Durchmesser, welche an dem einen Ende, mit welchem sie in die

¹⁾ Auszug aus einem Vortrage, gehalten am 3. August im rheinischen Bezirksvereine zu Bonn.

Titrirschwefelsäure taucht, umgebogen und ausgezogen ist. Mit dem Destillationskolben wird dieselbe durch einen Kugelaufsatzt verbunden. Derselbe verhindert ein Übersteigen der Destillationsflüssigkeit und ein eventuelles Mitreissen von Natronlauge. Ohne zu kühlen, wird destillirt. Die vorgelegte Schwefelsäure geräth zwar gegen Ende der Operation ins Sieden, jedoch ist ein Herausschleudern derselben bei einer einigermaassen geschickt geleiteten Destillation ausgeschlossen.

Wir haben 24 solcher Röhren, die auf einem Gestell neben einander ruhen, in Benutzung und können in einem Tage von 2 Assistenten 4—5 Destillationen ausgeführt werden, so dass täglich bequem 100 Stickstoffbestimmungen gemacht werden können.

Zum Abmessen der Titrirschwefelsäure bedienen wir uns einer sogenannten Revolverpipette, welche von einem unserer Mitarbeiter construirt und von der Firma Gerhardt in Bonn geliefert wird. Dieselbe hat den Vorteil, dass durch eine einfache Drehung eines Zweiwegehahnes stets genau 25 ccm abgemessen werden können. Ein Nachtropfen ist ausgeschlossen und es arbeitet sich damit äusserst schnell. Auch Fehlerquellen, die durch die Individualität des Analytikers bedingt sind, werden vollständig vermieden, da die Pipette gewissermaassen automatisch functionirt. Zur Herstellung der Titrirschwefelsäure werden 50 Liter Wasser mit 1000 g concentr. Schwefelsäure gemischt. Die Titrirnatronlauge enthält in 10 Litern 275 ccm Na OH von 30 bis 32° Bé. Als Indicator wird stets Methylorange verwendet, weil dieser Farbstoff gegen den Gehalt der Natronlauge an Kohlensäure unempfindlich ist.

Die Phosphorsäurebestimmung.

Die Phosphorsäure gelangt in drei verschiedenen Formen zur Untersuchung: als wasserlösliche, Gesamt- und beim Thomasmehl als in 2 proc. Citronensäure lösliche Phosphorsäure.

Die Bestimmung der wasserlöslichen Phosphorsäure in Superphosphaten und deren Gemischen und im aufgeschlossenen Guano: 20 g Substanz werden in einer Stohmann'schen Literflasche mit 800 ccm Wasser eine halbe Stunde lang im Schüttelapparat geschüttelt. Dann wird zum Liter aufgefüllt, gründlich gemischt und klar filtrirt. 50 ccm des Filtrates = 1 g Substanz werden mit 50 ccm Maercker'scher Lösung und 20 ccm Magnesiamischung versetzt. Der Niederschlag von phosphorsaurer Ammoniakmagnesia wird ausgerührt. Nachdem sich der Niederschlag abgesetzt hat, wird derselbe filtrirt, geäugt und als Magnesiapyrophosphat gewogen.

Die Maercker'sche Lösung wird bereitet, indem man 2 Liter 50 proc. Citronensäure mit 10 proc. Ammoniak auf 10 Liter auffüllt.

Die Magnesiamischung enthält in 10 Litern: 700 g Chlorammonium, 550 g Chlormagnesium und 2½ Liter 10 proc. Ammoniak.

Zum Filtriren des phosphorsauren Ammoniakmagnesianiederschlages benutzen wir im Laboratorium der Versuchsstation den Gooch'schen Platintiegel. Derselbe hat vor dem Papierfilter den grossen Vortheil, dass innerhalb 2—2½ Minuten der Niederschlag auf dem Asbestfilter sich befindet und vollständig ausgewaschen ist. Wir haben 18 solcher Tiegel im Gebrauch, so dass wir im Stande sind, in einem Tage 90 Niederschläge zu filtriren, zu glühen und zu wägen. Allerdings sind dabei zwei Assistenten beschäftigt. der Eine filtrirt, der Andere wägt. Leider kann man den Tiegel nicht ins Unbegrenzte benutzen. Wenn in jedem Tiegel 5 Niederschläge sind, so muss derselbe wieder frisch gefüllt werden, da sonst die Gefahr vorhanden ist, dass der Niederschlag nicht mehr genügend durchglüht und sich die phosphorsaure Ammoniakmagnesia nicht quantitativ in pyrophosphorsaure Magnesia umsetzt.

Trotzdem kommt uns die Anwendung des Gooch'schen Tiegels sehr zu Statten, da wir besonders in der Zeit der Frühjahrsfeldbestellung eine grosse Anzahl Phosphorsäurebestimmungen in kürzester Zeit erledigen müssen.

Bei Doppelsuperphosphaten werden 50 ccm der Lösung, entsprechend 0,5 g Substanz, mit 10 ccm Salpetersäure 10 Minuten lang gekocht, um eventuell vorhandene Pyrophosphorsäure in Orthophosphorsäure überzuführen. Alsdann wird die wasserlösliche Phosphorsäure nach der bekannten Molybdänmethode bestimmt.

Die Bestimmung der Gesamtphosphorsäure erfolgt in allen Phosphorsäuredüngemitteln mit Ausnahme des Thomasmehles nach der Molybdänmethode.

Bei Thomasmehlen werden 10 g im 500 ccm-Kolben mit Wasser aufgeschlämmt, mit 50 ccm concentrirter Schwefelsäure übergossen und gekocht, bis das Thomasmehl aufgeschlossen ist. Dann wird auf 500 ccm aufgefüllt, gekühlt, gemischt und filtrirt. 50 ccm des Filtrates werden alsdann nach der Citratmethode, wie bei der wasserlöslichen Phosphorsäure, weiter behandelt.

Zur Bestimmung der in 2 proc. Citronensäure löslichen Phosphorsäure in Thomasmehlen werden 5 g Substanz in einer ½ Literflasche mit 500 ccm 2 proc. Citronensäure von 17,5° C. eine halbe Stunde lang im Rotirapparat digerirt. Nach dem Filtriren

werden 50 ccm Lösung mit 50 ccm Kellner-Böttcher'scher Lösung versetzt; der Niederschlag wird eine halbe Stunde lang ausgerührt und dann sofort auf den Gooch'schen Tiegel filtrirt. Der Niederschlag darf nicht längere Zeit stehen, da sonst leicht durch Ausscheiden von Kieselsäure das Resultat beeinflusst wird. Zur Herstellung der Kellner-Böttcher'schen Lösung wird 1 kg Citronensäure in 5 Liter 20 proc. Ammoniak gelöst und mit 5 Liter Magnesiamischung versetzt.

Die Kalibestimmung.

Das Kali wird stets als Kaliumplatinchlorid gefällt und gewogen. 10 g des durch ein 1 mm Sieb gebrachten Düngemittels werden im Literkolben mit 400 ccm Wasser $\frac{1}{4}$ Stunde gekocht und durch Fällen mit Chlorbaryum von Schwefelsäure befreit; dann werden mit Ammoniak und kohlensaurem Ammon das überschüssige Chlorbaryum, die Sesquioxyde und Kalk und Magnesia gefällt. Nach dem Erkalten wird zum Liter aufgefüllt, gemischt und filtrirt. 100 ccm des Filtrates = 1 g Substanz werden in einer Platinschale auf dem Wasserbade eingedampft. Nach dem Trocknen werden durch gelindes Glühen die Ammonsalze verjagt. Der Rückstand wird mit heißem Wasser aufgenommen und in eine Porzellanschale filtrirt. Nach Zusatz einer genügenden Menge Platinchloridlösung wird auf dem Wasserbade zur Trockne verdampft. Dann wird mit einigen Tropfen Wasser angefeuchtet, mit Alkohol von 90 Proc. verrieben und nach $\frac{1}{4}$ stündigem Stehen der Kaliumplatinchloridniederschlag in einen Gooch'schen Tiegel filtrirt. Nachdem der Niederschlag mit Alkohol und Äther ausgewaschen ist, wird der Tiegel im Wassertrockenschrank 2 Stunden getrocknet und alsdann gewogen. Aus dem erhaltenen Kaliumplatinchlorid berechnet sich der Prozentgehalt an Kali durch Multiplication mit 19,4.

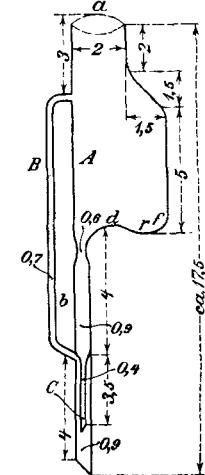
Die Kalkbestimmung.

Enthalten die Düngemittel keine Phosphorsäure, so wird der Kalk als oxalsaurer

Kalk gefällt, abfiltrirt, geäugt und als CaO gewogen. Ist jedoch Phosphorsäure zugegen, so wird der Kalk mittels Schwefelsäure und Alkohol als schwefelsaurer Kalk bestimmt.

Ein combinirter Extraktionsapparat.

In Hest 41 der „Zeitschrift für angewandte Chemie“ wurde der von Herrn Prof. Dr. Janke, Bremen auf der Naturforscherversammlung besprochene combinirte Extraktionsapparat beschrieben und abgebildet. Da die Zeichnung den Apparat nicht correct veranschaulicht, so wird hier nochmals eine Abbildung desselben wiedergegeben, für welche Herr Prof. Janke eine Skizze freundlichst zur Verfügung stellte. Die eingetragenen Maasse sind Centimeter. D. R.



Ueber Jasminblüthenöl.

Von Albert Hesse.

In seinem Bericht über die Fortschritte auf dem Gebiete der Riechstoffe¹⁾ hat Herr E. Erdmann über fast alle Arbeiten nur sachlich referirt, meine Untersuchungen über die Entwicklung des Jasminriechstoffs²⁾ aber mit kritischen Bemerkungen bedacht. Da Herr Erdmann im Wesentlichen seine früheren Einwände³⁾ wiederholt, genügt es, die Leser dieser Zeitschrift darauf hinzuweisen, dass ich diese Einwände a. a. O.⁴⁾ widerlegt habe. Hoffentlich ist Herr Erdmann durch diese Widerlegung und durch andere Mittheilungen⁵⁾ der Unterschied der Enfleurage von den übrigen Verfahren zur Gewinnung von Riechstoffen klar geworden und erscheinen ihm meine Darlegungen über die Bildung des Jasminriechstoffs jetzt „glaublich“.

Leipzig, 28. October 1901. Laboratorium von Heine & Co.

Sitzungsberichte.

Sitzung der Russischen Physikalisch-chemischen Gesellschaft zu St. Petersburg vom 13./26. September 1901.

K. Krassuski spricht in Erwiderung auf A. Michael's¹⁾ Arbeit über die Structur des Chlorhydrins des Isobutylens, indem er auf seine frühere Arbeiten²⁾ verweist und damit sein Prioritätsrecht schützt. — E. Biron hat die Litteratur-

angaben über die Löslichkeit des mit Sauerstoff beladenen Platins in Chlorwasserstofflösungen gesammelt, dieselben erweitert und die Potentiale der mit Luft beladenen Platin-

¹⁾ Diese Zeitschrift 1901, S. 937, 985.

²⁾ Ber. d. chem. Ges. **33**, 1585 (1900) und **34**, 291 (1901).

³⁾ Ber. d. chem. Ges. **34**, 2281 (1901).

⁴⁾ Ber. d. chem. Ges. **34**, 2916 (1901).

⁵⁾ A. Hesse u. O. Zeitschel, Journ. f. prakt. Chem. **64**, 245.

¹⁾ Journ. f. pr. Chem. **64**, 102.

²⁾ Zeitschr. f. angew. Chem. **1900**, 271.