

angängig, so wird die ursprüngliche Form ihrer größeren Genauigkeit wegen den Vorzug verdienen.

Ich möchte nicht schließen, ohne den Herren Imbert und Schwartz für ihre eifrige und genaue Mitarbeit bestens zu danken.

Mülhausen i. E., Chemieschule.

### **Bericht der internationalen Analysen-Kommission für Düng- und Futtermittel.**

In Anerkennung der Wichtigkeit des Gegenstandes und unter Berücksichtigung der gründlichen Vorbereitung, welche derselbe seit Einsetzung der Kommission auf dem Kongreß zu Wien 1898 durch ihren Präsidenten Dr. Ritter von Grueber-Malmö und in dem letzten Jahre durch die Mitwirkung des Sekretärs derselben Dr. Martin Ullmann-Hamburg erfahren hatte, war schon durch das Organisations-Komitee auf den 4. Juni Vormittags 9 Uhr eine gemeinsame Sitzung der beiden Sektionen I und VII des Internationalen Kongresses, deren Interessen sich auf diesem Gebiete begegnen, festgesetzt worden. Dieser Sitzung war am 2. Juni bereits eine Sitzung der Kommission vorausgegangen, in welcher durch eine nochmalige gründliche Durchberatung die bereits in Paris 1900 in erster Lesung vom Kongreß angenommenen Methoden mit einzelnen Verbesserungsvorschlägen sowie die von Dr. von Grueber entworfene Vorschrift für die Probenahme und Vorbereitung der Muster einstimmig acceptiert wurden. So konnte denn vom Präsidenten die obenerwähnte kombinierte Sitzung von Sektion I und VII, welche wohl die am stärksten besuchte Sektionssitzung des ganzen Kongresses war, berechtigter Weise bei der Begrüßung mit der ausgesprochenen Hoffnung eröffnet werden, daß Vorarbeiten und Interesse an der Sache einen erfolgreichen Verlauf und positive Resultate zu verheißen schienen. Es wurden zuerst die schon an andrer Stelle erwähnten Resolutionen von H. Fresenius-Wiesbaden betreffs der Salpeteranalyse, sodann die Kalibestimmung durch Überchlorsäure von Dr. Precht-Staßfurt, die auch von Dr. Sjolemma als vorzüglich bezeichnet wurde, acceptiert, sowie die Phosphorsäure-Molybdänmethode von Dr. Woy-Breslau und von Professor Klason-Stockholm die titrimetrische Bestimmung der Phosphorsäure mittels Jod nach Analogie der Arsenbestimmung ausführlich vorgetragen und unter lebhaftem Interesse diskutiert und als schätzbares Material zum Weiterausbau anerkannt. Hierauf folgte das Referat des Dr. v. Grueber

über die historische Entwicklung der vorliegenden künftig gelten sollenden internationalen Probenahme- und Untersuchungsmethoden für Kunstdünger und Futtermittel, deren Zusammenstellung unter Teilnahme der hervorragendsten Agrikulturchemiker, Handelslaboratorien und Fabrikanten entstanden sei. Die Namen an der Spitze der Broschüre seien eine Gewähr für die Gründlichkeit der Durcharbeitung und der Ersatz des durch den Tod viel zu früh abberufenen Ehrenpräsidenten Geheimrat Dr. Märker durch den in der technisch-analytischen Welt allgemein hochgeachteten Prof. Dr. Lunge-Zürich, so wie die Kooptation des Dr. Ullmann-Hamburg als Sekretär der Kommission hätten die Reife der Ausarbeitung der Vorlage außerordentlich begünstigt. Nachdem Dr. Ullmann noch über die letzte Entwicklungsphase der Kommissionsarbeiten berichtet und den Herren Mitarbeitern den Dank dafür votiert hatte, ergriff Geheimrat Dr. Emmerling das Wort und stellte den Antrag auf en bloc-Annahme, um hierdurch die Gründlichkeit der Arbeit anzuerkennen.

Dieser Antrag wurde einstimmig angenommen.

In der Schlußsitzung des Kongresses am 8. Juni konnte Dr. Ritter von Grueber-Malmö nun auf diese en bloc-Annahme den Antrag stellen namens der Sektionen I und VII, daß diese Vorschriften für die Probenahme, Vorbereitung der Muster und Analysenmethoden für Kunstdünger und Futtermittel, wie er solche dem Präsidenten Geheimrat Dr. Witt überreichte, vom Kongreß sanktioniert würden und das Fortbestehen der Kommission zur Entgegennahme von Verbesserungen bestimmt würde.

Die einstimmige Annahme erfolgte unter allseitigem Beifall und so ist ein Werk nach jahrelanger Arbeit in 3 Kongressen abgeschlossen, das der Wissenschaft und Praxis aller Länder in dieser Richtung einen festen Boden bietet, und es ist erfreulich, daß der Berliner Kongreß diesen Abschluß unter seinen Erfolgen aufzählen kann. Wir lassen die Vorschriften hier in ihrer endgültigen Fassung folgen:

#### *Internationale Probenahme-Vorschriften für Fabrikate und Rohmaterialien der Düngfabrikation für den internationalen Großhandel.*

1. Unvorschriftsmäßige Proben sind seitens der Untersuchungsstationen zurückzuweisen, resp. ist dies auf den Untersuchungsattesten zu vermerken.

2. Vorschriftsmäßige Proben sind nur solche, welche auf der letzten Bahn- oder Schiffstation bei der Entladung in Gegenwart von Zeugen beider Parteien oder durch einen vereideten Sach-

verständigen unter Beobachtung nachfolgender Vorschriften genommen sind.

3. Bei Fabrikaten ist aus jedem zehnten Sack, bei loser Verladung von mindestens zehn verschiedenen Stellen Probe mittels Probestechers zu nehmen.

4. Bei Rohmaterialien, die in Schiffsladungen ankommen, wird jedes fünfzigste Entladungsgefäß (also 2 Proz.) auf den Probahaufen gestürzt und wird davon nach der ersten Feinung auf mindestens Haselnußgröße Probe genommen zur Wasserbestimmung, von dem ganz gefeinten Material wie bei Fabrikaten zur Gehaltsbestimmung.

5. Die Proben müssen lose in feste, reine und völlig trockene Glasgefäße geschüttet werden und ca. 300 g Gewicht haben.

6. Es sind mindestens je drei Proben zu ziehen und luftdicht mit den Siegeln der Probenehmer zu verschließen.

7. Die Etikette ist mit demselben Siegel zu befestigen und mit der Namensunterschrift der Probenehmer zu versehen.

8. Die Proben sind an einem kühlen, dunklen und trockenen Orte aufzubewahren.

9. Bei Substanzen von ungleicher Zusammensetzung muß der Füllung der Probeflaschen eine genügende Zerkleinerung und Mischung vorangehen.

#### *Vorbereitung der Proben.*

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

b) Bei feuchten Düngemitteln, bei welchen dieses nicht zu erreichen ist, hat sich die Vorbereitung auf eine sorgfältige Durchmischung mit der Hand zu beschränken.

c) Bei Rohphosphaten und Knochenkohle soll zum Nachweise der Identität der Wassergehalt bestimmt werden.

d) 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.

#### *Analysenmethoden.*

##### *A. Kunstdüngemittel.*

I. Wasserbestimmung. Es werden 10 g Substanz angewandt; das Trocknen erfolgt bei 100° C. bis zum konstanten Gewicht, bei Gips haltenden Substanzen drei Stunden lang.

Für Kalisalze gelten die Bestimmungen des Verkaufssyndikats der Kaliwerke zu Leopoldshall-Staßfurt.

II. Bestimmung des Unlöslichen. Es werden 10 g Substanz angewandt:

a) bei Lösung in Mineralsäuren nach Unlöslichmachung der  $\text{SiO}_2$  der Rückstand gegläht.

b) bei Lösung in Wasser der Rückstand bei 100° C. bis zu konstantem Gewicht getrocknet.

##### *III. Bestimmung der Phosphorsäure.*

A. Herstellung der Lösungen. 1. Bei wasser-

löslicher  $\text{P}_2\text{O}_5$  werden 20 g Substanz in einer Literflasche mit ca. 800 ccm Wasser 30 Minuten lang ausgeschüttelt und dann bis zur Marke aufgefüllt. Die Lösungen von sogenannten Doppelsuperphosphaten müssen vor Fällung der  $\text{P}_2\text{O}_5$  unter Zusatz von etwas  $\text{HNO}_3$  gekocht werden, um vorhandene Pyrophosphorsäure in Orthophosphorsäure umzuwandeln. Auf 25 ccm Lösung des Superphosphats sind 10 ccm konzentrierte Salpetersäure zu verwenden.

NB. Soll in Superphosphaten der Gehalt an zitratlöslicher  $\text{P}_2\text{O}_5$  ermittelt werden, so hat dies nach Petermann zu geschehen.

2. Bei Gesamt- $\text{P}_2\text{O}_5$  werden 5 g Substanz mit Königswasser (s. Tabelle) oder 20 ccm  $\text{HNO}_3$  und 50 g konz.  $\text{H}_2\text{SO}_4$  30 Minuten lang gekocht und auf 250 ccm aufgefüllt.]

3. Bei Thomasphosphat  $\text{P}_2\text{O}_5$ <sup>1)</sup>

a) zitronensäurelösliche  $\text{P}_2\text{O}_5$ .

Es werden 5 g Substanz angewandt und in einem 500 ccm-Kolben, welcher zur Verhütung des Festsetzens der Substanz mit 1—5 ccm Alkohol beschickt ist, mit 2-proz. Zitronensäurelösung (s. Tabelle)  $\frac{1}{2}$  Stunde in einem Rotierapparat mit 30—40 Touren per Minute bei 17 $\frac{1}{2}$ ° C. ausgeschüttelt.

b) Gesamt- $\text{P}_2\text{O}_5$ <sup>2)</sup>.

Es werden 10 g Substanz angewandt und in einem 500 ccm-Kolben mit einigen ccm verdünnter  $\text{H}_2\text{SO}_4$  (1 + 2) angeschüttelt, sodann mit 50 ccm konz.  $\text{H}_2\text{SO}_4$  (s. Tabelle) 30 Minuten lang unter häufigem Umschwenken gekocht und bis zur Marke aufgefüllt.

B. Untersuchung der Lösungen. 1. Molybdänmethode nach Fresenius und Wagner.

2. Zitratmethode.

3. Freie Säure.

a) Die wässrige Lösung A 1 wird mit Methylorange versetzt und mit Natronlauge titriert oder

b) in alkoholischer Lösung auf gewichtsanalytischem Wege bestimmt.

IV. Bestimmung von Eisenoxyd und Tonerde. Dieselbe hat nach der Methode von Eugen Glaser unter Berücksichtigung der Verbesserungen von R. Jones oder nach Henri Lasne zu erfolgen. Die befolgte Methode ist anzugeben.

##### *V. Bestimmung des Stickstoffs.*

1. Salpeterstickstoff. Es ist nur die Anwendung direkter Methoden zulässig.

a) Reduktionsmethoden nach G. Kühn, Ulsch, Dewarda und Kjeldahl-Jodlbaur.

b) Gasvolumetrische Methoden. Lunge, Schlösing-Grandeau.

<sup>1)</sup> Thomasphosphatmehle, in denen dem Augenscheine nach noch gröbere Teile vorhanden sind, werden durch ein 2 mm-Sieb abgesiebt, die auf dem Siebe verbleibenden etwa zusammengeballten Teile durch leichtes Zerdrücken auf dem Sieb verteilt. Die Bestimmung der  $\text{P}_2\text{O}_5$  wird in dem durch das Sieb gefallen Teile ausgeführt, das Ergebnis unter Berücksichtigung der groben Teile berechnet.

<sup>2)</sup> Soll eine Feinmehlbestimmung ausgeführt werden, so ist ein Sieb von 0,17 mm Maschenweite (No. 100, Amandus Kahl, Hamburg) anzuwenden.

2. Ammoniakstickstoff. Die Bestimmung hat durch Destillation mit Magnesia zu erfolgen; bei Ammoniaksuperphosphaten ist die sub III A 1 angeführte Lösung zu benutzen.

3. Gesamtstickstoff. Derselbe ist bei Gegenwart von Nitraten und Ammoniaksalzen nach Kjeldahl-Jodlbaur zu ermitteln.

4. Organischer Stickstoff. Die Bestimmung hat bei Abwesenheit von Nitraten und Ammoniaksalzen nach Kjeldahl oder durch Verbrennung mit Natronkalk zu erfolgen.

VI. Bestimmung des Kali. Dieselbe hat stets mittels Platinchlorid oder Überchlorsäure zu erfolgen. Die benutzte Methode ist anzugeben.

VII. Bestimmung von Kalk und Magnesia. Dieselbe kann für Düngkalk durch die Titrationsmethode Tacke oder nach üblicher Methode gewichtsanalytisch erfolgen.

*Tabelle für eine einheitliche Nomenklatur chemischer Reagentien und Apparate.*

Bezeichnungen	Spez. Gew.	Gehalte Telle
1. Schwefelsäure . .	1,40	50 H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>
2. Konz. Schwefelsäure .	1,84	100 -
3. Salpetersäure . .	1,20	32 HNO <sub>3</sub>
4. Konz. Salpetersäure	1,52	100 -
5. Salzsäure . . . .	1,12	24 HCl
6. Konz. Salzsäure . .	1,20	39 -
7. Ammoniak . . . .	0,96	10 NH <sub>3</sub>
8. Konz. Ammoniak . .	0,91	25 -
9. Königswasser . .	1,12	Salzsäure 3 1,20 Salpetersäure 1
10. Zitronensäure . .	20 g	freie Säure 1 Lit.
11. Rotierapparat . .	30—40	Umdrehungen per 1 Minute
12. Schüttelapparat .	150 Touren	per 1 Minute

#### B. Futtermittel.

Vorbereitung zur Analyse. Für die Vorbereitung aller Futtermittel ohne Unterschied zur Analyse ist tunlichst der für den Durchgang durch das 1 mm-Sieb geeignete Zerkleinerungsgrad derselben zu erstreben.

I. Wasserbestimmung. Es werden 5 g Substanz angewandt; das Trocknen erfolgt bei 100° C. 3 Stunden lang.

II. Bestimmung des Proteins. 1. Des Rohproteins. Es wird eine Stickstoffbestimmung nach Kjeldahl oder Gunning-Atterberg mit 1—5 g Substanz ausgeführt und die gefundene Stickstoffmenge mit 6,25 multipliziert. Bei schwer aufschließbaren Futtermitteln, wie Baumwollsaatmehl, Erdnußmehl etc., empfiehlt sich ein Zusatz von Phosphorsäureanhydrid.

2. Des Reinproteins. Dasselbe wird nach der Methode von Stutzer oder Kellner bestimmt. Die benutzte Methode ist anzugeben.

3. Der verdaulichen Stickstoffsubstanz. Diese wird nach der von G. Kühn verbesserten Stutzer'schen Methode ausgeführt. An Stelle von Magensaft kann unter den von Wedemeyer gemachten Voraussetzungen auch käufliches Pepsin angewandt werden.

III. Bestimmung des Fettes. 1. Im allgemeinen. Die Futtermittel sind bei 95°, keinesfalls über 100° C. drei Stunden lang vorzutrocknen. Bei Leinkuchen und anderen Öl-

kuchen mit leicht trocknenden Ölen wird anheimgegeben, das Trocknen im Wasserstoff- oder Leuchtgasstrom vorzunehmen. Als Extraktionsmittel für Fett ist ausschließlich von Alkohol und Wasser befreiter Äther anzuwenden. Die Extraktion soll eine vollständige sein. Der Ätherextrakt braucht nach Trocknen in Äther nicht löslich zu sein.

2. In Melassefuttermitteln. Zur Fettbestimmung sind 25 g Melassefuttermittel bei ca. 80° etwa drei Stunden lang vorzutrocknen, nach dem Erkalten und Wägen zu mahlen; von dem Pulver werden dann 5 g auf einem Saugfilter oder größeren Gooch'schen Tiegel mit ca. 100 ccm kaltem Wasser unter Auftropfen ausgesüßt, der Rückstand in üblicher Weise bei 95° vorgetrocknet und mit Äther extrahiert.

IV. Bestimmung der stickstofffreien Extraktstoffe. a) Im ganzen werden diese für gewöhnlich nach der Feststellung aller übrigen Bestandteile durch Differenzrechnung ermittelt.

b) Für die Bestimmung der Zuckerarten gelten die Vereinbarungen der internationalen Zuckerkommission.

V. Bestimmung der Holzfaser. Dieselbe erfolgt nach der Weender Methode durch Auskochen von 3 g, wenn nötig entfetteter Substanz mit 200 ccm 1,25-proz. Schwefelsäure (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) und 200 ccm 1,25-proz. Kalilauge (KOH).

Jede Kochung dauert, vom Eintritt des Siedens an gerechnet, 1/2 Stunde, wobei verdunstendes Wasser ersetzt wird; nach dem jeweiligen Auskochen mit Säure oder Lauge wird mit Wasser ausgekocht. Der Rückstand wird mit heißem Alkohol, dann mit Äther ausgewaschen, bis zum konstanten Gewicht getrocknet und gewogen. Der Aschengehalt des Rückstandes wird abgezogen.

VI. Bestimmung der Asche. Dieselbe erfolgt durch Veraschen und vorsichtiges Glühen bei Anwendung von 5 g Substanz.

VII. Bestimmung des Sandes bez. von mineralischen Beimengungen. Die qualitative Prüfung aller Futtermittel auf Sand bez. mineralische Beimengungen ist obligatorisch. Sobald die Vorprüfung die Anwesenheit von mehr als normalen Mengen ergibt, ist die quantitative Bestimmung derselben auszuführen. Von dem Ergebnis ist dem Einsender Mitteilung zu machen, wenn durch dasselbe die Vorprüfung bestätigt wird, jedenfalls aber in allen Fällen, wo der Gehalt mehr als 1 Proz. beträgt. G.

#### Ein neuer Extraktionsapparat.

Von Dr. W. Pip.

Der abgebildete Apparat (Fig. 1) dient zur Extraktion von Flüssigkeiten mit Äther oder sonstigen spezifisch leichten Solventien. In dem Rundkolben wird der Äther verdampft. Derselbe gelangt in Dampfform auf dem aus der Zeichnung ersichtlichen Wege in das Rohr, welches in den mittleren Tubus des Extraktionsgefäßes mündet, tritt hier in die zu extrahierende