

MINISTRIE

VAN

LANDBOUW, NIJVERHEID
EN HANDEL.

DIRECTIE VAN DEN LANDBOUW.



Methoden

van onderzoek aan het Rijkslandbouwproefstation te Maastricht.

Te gebruiken bij het onderzoek van
meststoffen.

Maastricht 1919.

Prijs f 0.75.

METHODEN VAN ONDERZOEK AAN
HET RIJKSLANDBOUWPROEFSTATION
TE MAASTRICHT.

ALGEMEENE REGELEN.

- 1°. De temperaturen zijn opgegeven in graden Celsius.
- 2°. Wanneer van percenten sprake is, worden bedoeld gewichtspersenten, tenzij anders is opgegeven.

- 3°. De sterkte van oplossingen wordt aangegeven door cijfers en het teeken =.

Zoo beteekent de sterkte $1 = 10$ dat 1 gram der stof opgelost wordt in zoo-veel van het oplosmiddel, dat 10 c.M³. oplossing verkregen worden.

Wordt het oplosmiddel niet nader aangegeven, dan is gedestilleerd water bedoeld.

- 4°. Waar bij de beschrijving van een methode zuren, basen of oplossingen zijn aangegeven wordt die concentratie bedoeld, welke genoemd is in de boven de betreffende methodebeschrijving aangebrachte lijst van benoodigde reagentiën. Ontbreekt zulk een lijst en is in de beschrijving sprake van ammonia, zwavelzuur, zoutzuur en salpeterzuur, zonder nadere aanwijzing inzake de sterkte als b.v. $1 = 10$, dan wordt de geconcentreerde vloeistof bedoeld.

Geconcentreerde ammonia = ammonia s. g. 0,92 (± 22 %).

Geconcentreerd zwavelzuur = zwavelz. s. g. 1,84 (± 96 %).

Geconcentreerd zoutzuur = zoutzuur s. g. 1,19 (± 37 %).

Geconcentreerd salpeterz. = salpeterz. s. g. 1,40 (± 65 %).

- 5°. Voor zoover geen factoren zijn aangegeven, worden deze berekend met behulp van de tabel der internationale atoomgewichtscmissie.
-

Bepaling van stikstof.

Hierbij worden toegepast de volgende methoden, afhankelijk van den vorm, waarin de stikstof voorkomt.

A. *De methode Kjeldahl*, (modificatie *a* en *b*) bij meststoffen, die stikstof bevatten in organischen vorm of tegelijkertijd ook in dien van ammoniak, maar geen salpeterstikstof; dus bij beendermeel, bloedmeel, salpetervrije guano, enz.

B. *De destillatiemethode*, bij meststoffen, die stikstof bevatten uitsluitend in den vorm van ammoniak, of tegelijkertijd ook van salpeterzuur, dat dan afzonderlijk wordt bepaald volgens C.

C. *De methode Schlösing*, bij meststoffen, die alleen stikstof bevatten in den vorm van salpeterzuur of salpeterigzuur, of ook daarnaast nog ammoniak, dat dan afzonderlijk door destillatie volgens B. bepaald wordt.

D. *De gewijzigde methode Jodlbaur*, bij meststoffen, die naast organische stikstof ook zulke in den vorm van salpeterzuur bevatten, of die organische stikstof benevens stikstof in den vorm van ammoniak en van salpeterzuur bevatten.

De methode B, gecombineerd met C, bij meststoffen, die stikstof bevatten in den vorm van ammoniak en in dien van salpeterzuur.

Het gevonden stikstofgehalte wordt steeds afgerond tot halve tienden van procenten.

Het stikstofgehalte der te gebruiken chemikaliën is door een blinde proef vooraf vast te stellen.

Modificatie a.

Benodigde reagentiën:

- 1° *phosphorzwavelzuur*, verkregen door voorzichtige menging van 1 liter zwavelzuur van 1,84 s. g. met 200 gram phosphorzuuranhydride;
- 2° *alkalische natriumsulfide-oplossing*, verkregen door 500 gram natriumhydroxyde en 10 à 15 gram gekristalliseerd natriumsulfide ($\text{Na}_2\text{S} + 9\text{H}_2\text{O}$) op te lossen in 1 liter water;
- 3° *kwikzilver*;
- 4° *paraffine* in stukjes;
- 5° *zwavelzuur* en loog van bekende sterkte;
- 6° *uitgeglodt puimsteen of geraspt zink*;
- 7° *een neutrale oplossing van gezuiverd¹⁾ lacmoïd, methyl-oranje (1 = 1000), of dimethylamidoazobenzol (1 = 1000)*.

Toestellen:

- 1° destructiekolven van ongeveer 200 c. M³;
- 2° destillatiekolven van ongeveer 500—700 c. M³. inhoud (voorzien van een z.g. glashelm of spatbol, beide van resistent glas).

De sub 2° genoemde kolven kunnen ook van koper zijn.

Uitvoering der analyse.

1 gram der stof (bij niet-homogene stoffen neemt men naar behoefte meer uit een hoeveelheid van ongeveer 20 gram, welke vooraf zeer zorgvuldig gemengd is) wordt in een destructiekolf of direct in een destillatiekolf gebracht.

Hierbij voegt men één druppel kwik (ongeveer 0,6 gram) en 20 c. M³. phosphorzwavelzuur.

Wordt meer dan 1 gram stof gebruikt, dan neemt men ook wat meer phosphorzwavelzuur, zoodat het geheel goed er door bevochtigd is.

Nadat men zich overtuigd heeft, dat de stof geheel met het phosphorzwavelzuur is doortrokken, wordt verhit, aanvankelijk op een kleine vlam. Naarmate het schuimen vermindert, wordt de vlam vergroot tot dat de vloeistof kookt.

Men houdt de vloeistof zoolang aan de kook, tot de destructie afgehoopen is.

Ter vermindering van sterk schuimen, kunnen enkele stukjes paraffine toegevoegd worden.

Modificatie b, gewijzigde methode Gunning.

Benodigde reagentiën:

- 1° *geconcentreerd zwavelzuur* van 1,84 s. g.;
- 2° *alkalische natriumsulfide-oplossing* als bij a;
- 3° *kwikzilver*;
- 4° *kaliomsulfaat* in poedervorm;
- 5° *paraffine*;
- 6° *zwavelzuur* en loog van bekende sterkte;
- 7° *uitgeglodt puimsteen of geraspt zink*;
- 8° *een neutrale oplossing van gezuiverd¹⁾ lacmoïd, methyl-oranje (1 = 1000), of dimethylamidoazobenzol (1 = 1000)*.

Toestellen: als bij a.

Uitvoering der analyse.

1 gram der stof (bij niet-homogene stoffen neemt men naar behoefte meer uit een hoeveelheid van ongeveer 20 gram, welke vooraf zeer zorgvuldig gemengd is) wordt in een destructiekolf of direct in een destillatiekolf gebracht.

Hierbij voegt men één druppel kwik (ongeveer 0,6 gram) en 20 c. M³. geconcentreerd zwavelzuur.

Wordt meer dan 1 gram stof gebruikt, dan neemt men ook wat meer zwavelzuur, zoodat het geheel goed er door bevochtigd is.

Nadat men zich overtuigd heeft, dat de stof geheel met het zwavelzuur is doortrokken, wordt een half uur op een kleine vlam zacht verwarmd; daarna voegt men ongeveer 15 gram kaliomsulfaat in poedervorm toe en vergroot de vlam naarmate het schuimen vermindert.

Ten slotte kookt men tot de destructie afgehoopen is.

Ter vermindering van sterk schuimen kunnen enkele stukjes paraffine toegevoegd worden.

Na bekoeling verdunt men met water, of heeft men gedestruerd in een destructiekolf, dan spoelt men den inhoud daarvan over in een destillatiekolf. Het volume der vloeistof wordt vervolgens met water tot ongeveer 300 c.M³. gebracht en de gevormde ammoniak overgedestilleerd na toevoeging van 100 c.M³. alkalische natriumsulfide-oplossing (of van eene evenredig grootere hoeveelheid, wanneer bij de destructie grootere hoeveelheden phosphorzwavelzuur zijn gebruikt) en van eenige stukjes puimsteen of geraspt zink; wordt dit laatste gebruikt, dan moet op de destillatiekolf een glashelm worden aangebracht waarbij de dampen door water strijken. Het destillaat, dat minstens $\frac{1}{3}$ der te destilleeren vloeistof moet bedragen, wordt opgevangen in een kolf, waarin zich een bekende, ter neutralisatie van den te verwachten ammoniak ruim voldoende, hoeveelheid getitreerd zwavelzuur bevindt, en met loog van bekende sterkte teruggetitreerd.

¹⁾ Gezuiverd lacmoid (resorcineblauw) wordt verkregen door een goede soort handelslacmoid op te lossen, onder voorzichtig verwarmen, in alcohol van 95 volumpercenten, te filtreren en het filtraat onder luchterdunning boven zwavelzuur in te dampen.

Als indicator wordt 1 gram van het aldus gezuiverde praeparaat opgelost in 100 c.M³. alcohol van 50 volumpercenten.

B. *Destillatiemethode.*

Benodigde reagentiën:

- 1°. *magnesiumoxyde*, zooveel mogelijk koolzuurvrij;
- 2°. *zwavelzuur* en *loog* van bekende sterkte;
- 3°. *een neutrale oplossing van gezuiverd* ⁽¹⁾ *lacmoïd*, *methyloranje* ($1 = 1000$) *of dimethylamidoazobenzol* ($1 = 1000$).

Toestellen:

destillatiekolven, enz. als bij de methode Kjeldahl.

Uitvoering der analyse.

Van zwavelzuren ammoniak wordt 5 gram, van samengestelde meststoffen 10 gram opgelost in water, de oplossing tot 500 c.M³. aangevuld, hiervan 50 c.M³. in een destillatiekolf gebracht en daarna met 250 c.M³. water en 3 gram magnesiumoxyde overgedestilleerd. Het destillaat, dat minstens $\frac{1}{3}$ der te destilleeren vloeïstof moet bedragen, wordt opgevangen in een kolf waarin zich een bekende, ter neutraliseering van den te verwachten ammoniak ruim voldoende hoeveelheid getitreerd zwavelzuur bevindt. Wanneer men gebruik maakt van lacmoïd als indicator, wordt de vloeïstof ongeveer 2 minuten gekookt in een kolf van Jena-glas en na bekoeling teruggetitreerd.

Bij samengestelde meststoffen kan men ook 50 c.M³. nemen van de oplossing, die voor de bepaling van het in water oplosbaar phosphorzuur wordt gebruikt.

Van roet wordt 5 gram gedestilleerd zonder dat daarvan een oplossing gemaakt wordt.

Bij gier en niet gedroogden stalmest wordt de ammoniak uitgedreven met behulp van gepraecipiteerd calciumcarbonaat.

(¹) Gezuiverd lacmoïd (resorcineblauw) wordt verkregen door een goede handelslacmoïd op te lossen, onder voorzichtig verwarmen, in alcohol van 95 volumpercenten, te filtreren en het filtraat onder luchtverdunning boven zwavelzuur in te dampen.

Als indicator wordt 1 gram van het aldus gezuiverde praeparaat opgelost in 100 c.M³. alcohol van 50 volumpercenten.

C. *Methode Schlösing.*

Benodigde reagentiën:

- 1°. een oplossing van *ferrochloride*, verkregen door ongeveer 200 gram ijzer op te lossen in zoutzuur en met water aan te vullen tot 1 liter;
- 2°. *geconcentreerd zoutzuur* (s.g. 1,19) en *zoutzuur van 25 percent*;
- 3°. een *standaardoplossing* van zuiver, omgekristalliseerd en omgesmolten *kaliumnitraat* in water ($39,25 = 1000$).

Toestellen:

- 1°. een kolf van ongeveer 300 c.M³. inhoud met dubbel doorboorde stop, waarvoor een kleine vultrechter en een afvoerbuis voor gas gaan;
- 2°. gecalibreerde glazen buizen;
- 3°. een pneumatische bak of glazen cylinder, zóó diep, dat de buizen behoorlijk ondergedompeld kunnen worden.

Uitvoering der analyse.

Van de te onderzoeken meststof wordt een zekere hoeveelheid afgewogen (bij Chili-salpeter 16,5 gram en bij andere meststoffen een zoodanige hoeveelheid dat uit 10 c.M³. der oplossing niet meer dan 100 c.M³. stikstof-oxyde te verwachten is) en deze in water opgelost tot 500 c.M³.; van de, zoo noodig, gefiltreerde oplossing wordt voor elk onderzoek 10 c.M³. gebruikt *). Men laat deze hoeveelheid langzaam door het vultrechertje in een kolf als boven omschreven vloeien, waarin zich een overmaat van de kokende ferrochloride-oplossing met zoutzuur (50 c.M³. FeCl₂-oplossing en 50 c.M³. geconcentreerd zoutzuur) bevindt en uit welke de lucht vooraf door koken der vloeistof, na toevoeging van een weinig kaliumnitraat, verdreven is. Het vultrechertje wordt tweemaal met 10 c.M³. 25-percentig zoutzuur nagespoeld. Het volumen van het dan uitgedreven gas, dat in de gecalibreerde buis is opgevangen, wordt afgelezen na langdurige onderdompeling in carbonaatvrij water.

In deze kokende ferrochloride-oplossing brengt men op dezelfde wijze 10 c.M³. der standaardoplossing. Door vergelijking van het hierbij verkregen volumen gas met het uit de te onderzoeken stof opgevangene wordt het stikstofgehalte dezer stof gevonden.

*) Bij aanwezigheid van in water oplosbare carbonaten, moet het koolzuur verwijderd worden, door de oplossing met zoutzuur zeer zwak zuur te maken en daarna tot koken te verhitten.

D. Gewijzigde methode Jodlbaur.

Benodigde reagentiën:

- 1°. *phenolzwavelzuur*, verkregen door 100 gram zuiver, gekristalliseerd phenol in zuiver zwavelzuur van 1,84 s. g. op te lossen en de oplossing met hetzelfde zwavelzuur tot 1 liter aan te vullen;
- 2°. *alkalische natriumsulfide-oplossing* als bij A sub a;
- 3°. *kwikzilver*;
- 4°. *natriumsulfide-oplossing* bevattende 250 gram $\text{Na}_2\text{S} + 9\text{H}_2\text{O}$ en 1 liter water;
- 5°. *zwavelzuur* en *loog* van bekende sterkte;
- 6°. *zinkstof*, zorgvuldig uitgewasschen en goed gedroogd;
- 7°. *een neutrale oplossing van gezuiverd ¹⁾ lacmoïd, methyl-oranje (1 = 1000), of dimethylamidcazobenzol (1 = 1000).*

Toestellen:

- 1°. destructiekolven van ongeveer 200 c.M³;
- 2°. destillatiekolven van ongeveer 700 c.M³. inhoud (voorzien van een z.g. glashelm of spatbol, beide van resistentglas).

De sub 2°. genoemde kolven kunnen ook van koper zijn.

Uitvoering der analyse.

Ongeveer 20 gram der stof wordt zeer zorgvuldig gemengd en, zoo mogelijk, zeer fijngewreven.

1 gram er van wordt in een destructiekolf of direct in een destillatiekolf gebracht en overgoten met 15 c.M³ phenol-zwavelzuur. Door zacht heen en weer te bewegen zorgt men er voor, dat innige menging plaats heeft, waarbij voorzichtig, doch niet hooger dan tot 40°, verwarmd mag worden.

Na verloop van ongeveer een half uur (bij sterk salpeterhoudende meststoffen na langeren tijd) voegt men bij kleine gedeelten en onder afkoeling 3 gram zinkstof, dan 20 c.M³. geconcentreerd zwavelzuur en vervolgens 2 druppels kwik toe. Nu wordt verhit, aanvankelijk op een kleine vlam. Naarmate het schuimen vermindert, wordt de vlam vergroot tot dat de vloeistof kookt. Men houdt de vloeistof, nog eenigen tijd nadat ze kleurloos geworden is, aan de kook.

Ter vermindering van sterk schuimen, kunnen enkele stukjes paraffine toegevoegd worden.

Na bekoeling verdunt men met water, of heeft men gedgestrueerd in een destructiekolf, dan spoelt men den inhoud daarvan over in een destillatiekolf. Het volumen der vloeistof wordt vervolgens met water tot ongeveer 300 c.M³. gebracht en de gevormde ammoniak overgedestilleerd na toevoeging van 125 c.M³. alkalische natriumsulfide-oplossing en 25 c.M³. natriumsulfide-oplossing op de wijze als bij de methode-Kjeldahl beschreven is.

¹⁾ Gezuiverd lacmoïd (resorcineblauw) wordt verkregen, door een goede handelslacmoïd op te lossen, onder voorzichtig verwarmen, in alcohol van 95 volumpercenten, te filtreren en het filtraat onder luchtverdunding boven zwavelzuur in te dampen.

Als indicator wordt 1 gram van het aldus gezuiverde praeparaat opgelost in 100 c.M³. alcohol van 50 volumpercenten.

Bepaling van phosphorzuur.

Hierbij worden toegepast de volgende methoden :

- A. *De molybdeen-methode*, bij alle phosphorzuurhoudende meststoffen :
 - a. ter bepaling van phosphorzuur in water oplosbaar ;
 - b. ter bepaling van phosphorzuur in mineraalzuur oplosbaar.

 - B. *De methode Grete*, bij alle meststoffen, welke phosphorzuur in in water oplosbaren vorm bevatten.

 - C. *De gewijzigde methode Pemberton*, bij alle phosphorzuurhoudende meststoffen.

 - D. *De methode von Lorenz*, bij alle phosphorzuurhoudende meststoffen.
-

A. *Molybdeenmethode.*

Modificatie a. (phosphorzuur in water oplosbaar.)

Benodigde reagentiën:

1° *molybdeenoplossing*, verkregen door een oplossing van 150 gram ammoniummolybdaat, $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} + 4\text{H}_2\text{O}$ in 1 liter water, te gieten in 1 liter salpeterzuur van 1,20 s. g.

Van het ammoniummolybdaat wordt vooraf het ammoniakgehalte door destillatie met MgO bepaald teneinde de op te lossen hoeveelheid zout te kunnen berekenen en eventueel zooveel ammonia ($1 = 10$) toegevoegd als noodig is om te voldoen aan de formule $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} + 4\text{H}_2\text{O}$;

2° een verdunde *molybdeenoplossing*, bevattende per liter 50 c.M³ van de sub 1 genoemde oplossing en 950 c.M³ water;

3° een oplossing van *ammoniumnitraat* in water ($10 = 100$);

4° verdunde *ammonia* van 2,5 à 3 percent;

5° *ammonia* van 20 percent;

6° *magnesiainmixtuur*, bereid door 80 gram gekristalliseerd magnesiumchloride, 160 gram ammoniumchloride en 320 c.M³ ammonia van 0,96 s. g. te zamen op te lossen, de vloeistof tot 1 liter aan te vullen met water en na bezinking te filtreren;

7° *zoutzuur* van 25 percent.

Uitvoering der analyse.

20 gram der stof (van dubbelsuperphosphaat 10 gram) wordt met ongeveer 25 c.M³ koud gedestilleerd water of kalkvrij regenwater in een mortier, onder aanroeren, zonder wrijven, 2 maal gedecanteerd en het afgeslibde telkens in een literkolf gebracht.

De overblijvende massa wordt *goed gewreven* en daarna in de kolf gespoeld. Bij enkelvoudige superphosphaten met minder dan 22 % in water oplosbaar phosphorzuur en bij ammoniak-superphosphaat kan aanwrijven achterwege blijven.

Na praecipitatie met magnesiainmixtuur voegt men 5 c.M³ ammonia van 20 percent toe.

Na ten minste 2 uren gestaan te hebben wordt het neerslag op het filter gebracht, met verdunde ammonia uitgewasschen, vervolgens gedroogd en daarna geglœoid. Het gloeien geschiedt in het begin op een zeer kleine vlam, ten laatste met behulp van de blaasvlam of gedurende 15 minuten in den oven van Rössler. Ter bevordering van het witbranden mag salpeterzuur, maar niet meer dan 1 of 2 druppels, gebruikt worden.

De factor, ter berekening van het gehalte aan P_2O_5 uit het gevonden magnesiapyrophosphaat, is 0,638.

Modificatie b. (phosphorzuur in mineraalzuur oplosbaar.)

Benodigde reagentiën:

1° *salpeterzuur* s. g. 1,20;

2° *zoutzuur* van 25 percent;

3° *molybdeenoplossing* als bij a;

4° verdunde *molybdeenoplossing* als bij a;

5° een oplossing van *ammoniumnitraat* in water ($10 = 100$);

6° verdunde *ammonia* van 2,5 à 3 percent, en *ammonia* van 20 percent;

7° *magnesiainmixtuur* als bij a.

Uitvoering der analyse.

5 gram der stof¹⁾ wordt met 150 c.M³ water, 40 c.M³ salpeterzuur van 1,20 s. g. en 10 c.M³ zoutzuur van 25 percent een half uur gekookt; na bekoeling wordt tot 500 c.M³ aangevuld en gefiltreerd.

Van het filtraat wordt bij stoffen met zeer hoog phosphorzuurgehalte 25 c.M³, bij andere 50 c.M³ genomen.

Het zuur wordt grootendeels met ammonia geneutraliseerd en

Dan laat men de tot op ongeveer 900 c.M³. aangevulde vloeistof 2 uren (bij dubbelsuperphosphaten met meer dan 22 percent in water oplosbaar phosphorzuur en bij meststoffen, die men vermoeden kan daarmee bereid te zijn, 24 uren) staan, gedurende dien tijd herhaaldelijk omschuddende.

Superphosphaten met minder dan 22 percent in water oplosbaar phosphorzuur kunnen ook gedurende een half uur machinaal geschud of geroteerd worden.

Na afloop van het schudden wordt de vloeistof tot op 1 liter aangevuld en door een droog filter gefiltreerd.

Van het filtraat worden 50, resp. 25 c.M³. gebruikt en voor elke 0,1 gram P₂O₅ 100 c.M³. molybdeenoplossing toegevoegd.

Er wordt opgekookt en warm gefiltreerd, of in het waterbad bij ongeveer 80° minstens een uur verwarmd en warm gefiltreerd, waarna het neerslag met de verdunde molybdeenoplossing of met de oplossing van ammoniumnitraat uitgewasschen wordt.

Bij het filtraat wordt nog een weinig molybdeenoplossing gevoegd, dan verwarmd en, ingeval er nog een neerslag ontstaat, dit bij het eerste gevoegd. Dan wordt het gezamenlijke neerslag in 70 à 80 c.M³. verdunde ammonia opgelost, een stukje lakmoespapier in de vloeistof gebracht en nu onder krachtig omzwenken zoolang zoutzuur van 25 percent toegevoegd, dat het zich vormende neerslag nog slechts langzaam weder oplost en de aanvankelijk blauwe kleur van het lakmoespapierje in roodviolet is veranderd. In de heldere, zwak zure, tot 20° à 15° afgekoelde oplossing wordt het phosphorzuur neergeslagen met voor elke 0,1 gram P₂O₅ 10 c.M³. magnesiमितxtuur, welke uit een buret dropsgewijze en onder voortdurend krachtig omroeren of omzwenken wordt toegevoegd.

Wanneer de juiste zuurgraad is verkregen, begint zich het neerslag te vormen nadat 4 à 6 c.M³. mixtuur zijn toegevoegd.

daarna voor elke 0,1 gram P₂O₅ 100 c.M³. molybdeenoplossing toegevoegd, waarna of gedurende 1/2 uur bij kamertemperatuur uitgeroerd, of opgekookt en warm gefiltreerd, of gedurende een uur in het waterbad bij 80° verwarmd en gefiltreerd wordt. Het gele neerslag wordt met de verdunde molybdeenoplossing of met de oplossing van ammoniumnitraat uitgewasschen, waarbij het zoo goed als geheel op het filter wordt gebracht, in 70 à 80 c.M³. verdunde ammonia van 2,5 à 3 percent opgelost, waarna verder gehandeld wordt als te voren sub a. is omschreven; wanneer de juiste zuurgraad is verkregen, begint zich het neerslag te vormen nadat ongeveer 4 c.M³. mixtuur zijn toegevoegd.

(Bij meststoffen, die voor meer dan de helft uit organische stof bestaan — als koecken, vischmest, enz. — kan het bovenstaande voorschrift niet worden gevolgd. Deze stoffen moeten met geconcentreerd zwavelzuur worden gedeutreerd, b.v. 5 gram stof met 50 c.M³. zwavelzuur, waarna in de verdunde oplossing het phosphorzuur wordt bepaald).

De factor, ter berekening van het gehalte aan P₂O₅ uit het gevonden magnesiapyrophosphaat, is 0,638.

1) Bij Thomasphosphaatmeet wordt van het oorspronkelijke monster minstens 50 gram genomen, doch liefst meer, b.v. 100 of 150 gram, wanneer de hoeveelheid groot genoeg is, en deze gezeefd door een zeef van 1,5 m.M.

Hetgeen achterblijft wordt fijngewreven en opnieuw gezeefd tot alleen eventueele stukjes staal overblijven. De ziftsels worden zorgvuldig gemengd en het op de zeef achterblijvende, na weging, als waardeeloos (staal) in rekening gebracht; het gezeefde wordt in een flesch gedaan, waaruit 5 gram genomen wordt voor de bepaling, terwijl het gevonden phosphorzuurgehalte, met inachtname van het gevonden waardeeloos, uitgerekend wordt.

B. *Methode Grete.*

Benodigde reagentiën:

1°. *lijmoplossing*, bereid als volgt: 50 gram lijm, of gelatine wordt in 100 c.M³ water opgelost onder verwarming; na oplossing worden 15 c.M³. salpeterzuur, s. g. 1,20, toegevoegd.

Men kookt deze oplossing al roerende gedurende 15 minuten en maakt na afkoeling flink alkalisch met ammonia (1 = 10).

Na toevoeging van 20 c.M³. magnesiainmixtuur, als sub A a, 6°, laat men, na verdunning met water tot 450 c.M³., een nacht over staan, maakt het filtraat even zuur met salpeterzuur (1 = 10) en daarna even alkalisch met ammonia (1 = 10) en brengt met water op 500 c.M³.

2°. *lijmmolybdeenoplossing*, bereid als volgt: 700 gram ammoniummolybdaat wordt opgelost in 4 liter heet water en deze oplossing gegoten in 2250 c.M³. salpeterzuur (s. g. 1,32), waarbij eerst zijn gevoegd 500 c.M³. der sub 1 genoemde lijmoplossing. Den volgenden dag wordt, zoo noodig, de oplossing afgeschonken of gefiltreerd en daarna zoolang ammonia van 20 percent toegevoegd, tot het neerslag, dat zich eerst vormt, juist weer oplost en de oplossing zwak, doch duidelijk alkalisch is.

Men vult nu aan tot ongeveer 10 liter en stelt de oplossing met behulp van monokaliumphosfaat (KH₂PO₄), zoodat 1 c.M³. overeenkomt met 0,002 gram P₂O₅.

De vloeistof moet zoo sterk alkalisch zijn, dat zich ook bij lagere temperatuur geen witte kristallen afscheiden;

3°. *een druppelteschje met een waterige oplossing van methyloranje* (1 = 1000).

4°. *een druppelteschje met ammonia* van 2,5 à 3 percent;

5°. *een waterige oplossing van ammoniumnitraat* (1 = 2);

6°. *fijn gewreven kaliumnitraat*;

7°. *een oplossing van KH₂PO₄ in water*, bevattende per c.M³. 0,002 gram P₂O₅;

8°. *salpeterzuur*, s. g. 1,20.

Uitvoering der analyse.

20 gram der stof (van dubbelsuperphosfaat 10 gram) wordt met water behandeld als bij A sub a.

25 c.M³. van het filtraat worden in een ruim bekersglas gebracht.

Na toevoeging van 5 druppels methyloranje, neutraliseert men met de verdunde ammonia, voegt vervolgens 20 c.M³. ammoniumnitraat toe en uit een buret 15 c.M³. salpeterzuur (voor dit salpeterzuur is een correctie aan te brengen, welke afzonderlijk bepaald wordt).

De vloeistof wordt verhit tot zij begint te koken, (heeft men bij het koken last van stooten dan mag een lepeltje kaliumnitraat toegevoegd worden), waarna men het bekersglas van de vlam neemt en onder flink omschudden titreert met de lijmmolybdeenoplossing.

Is het ontstaan van een neerslag niet meer duidelijk waar te nemen, zoo wordt opnieuw tot ongeveer 80° verhit, waarna men laat bezinken en opnieuw titreert.

Zoo noodig wordt deze bewerking eenige malen herhaald, totdat het ontstaan van wolken van boven moeilijk meer te zien is.

Nu wordt, wanneer noodig, na toevoeging van een kleine hoeveelheid (hoogstens 1 c.M³.) lijmoplossing, even opgekookt en na bezinking opnieuw getitreerd, totdat van terzijde gezien geen trebeling meer ontstaat.

Het percentage P₂O₅ laat zich berekenen door het aantal verbruikte c.M³. lijmmolybdeenoplossing te verminderen met het aantal, dat meer noodig is geweest door de toevoeging van de 15 c.M³. salpeterzuur, en dit verschil te vermenigvuldigen met 0,4, als 0,5 gram stof en met 0,8 als 0,25 gram gebruikt is.

De bepaling van de correctie voor het salpeterzuur geschiedt door, volgens bovenstaand voorschrift, 25 c.M³. KH₂PO₄ oplossing te titreeren na toevoeging van 15 c.M³. salpeterzuur en het resultaat te noteeren.

Vervolgens voegt men bij dezelfde vloeistof nogmaals 25 c.M³. KH₂PO₄-oplossing en titreert opnieuw volgens het voorschrift, doch met weglating van het salpeterzuur.

Het verschil dezer twee titraties is de correctie.

De te titreeren vloeistoffen moeten vrij zijn van organische zuren en geen groote hoeveelheid arseen- of kiezelzuur bevatten.

C. Gewijzigde methode Pemberton.

Benodigde reagentiën:

1^o. *molybdeenoplossing*, verkregen door 90 gram ammoniummolybdaat in zooveel water op te lossen dat bijna een volume van 1 liter verkregen wordt, waarna een paar druppels geconcentreerde ammonia toegevoegd worden en vervolgens het volume op 1 liter wordt gebracht.

Na 12 uur wordt deze oplossing gefiltreerd; zij mag niet gebruikt worden indien ouder dan 3 weken;

2^o. een verzadigde oplossing van *ammoniumnitraat* in water;

3^o. *salpeterzuur*, verkregen door menging van 1 liter salpeterzuur, s. g. 1,40 met 1 liter water;

4^o. *zwavelzuur*, bevattende per liter 5 gram H_2SO_4 ;

5^o. *ammoniumnitraat-salpeterzuur-zwavelzuurmengsel*, verkregen door bij 1,5 liter ammoniumnitraatoplossing, als vermeld sub 2, te voegen 2,5 liter water, 1 liter salpeterzuur, als sub 3 en 1 liter zwavelzuur als sub 4;

6^o. *zwavelzuur* van 0,3422 normaal;

7^o. *kali- of natronloog* van 0,3422 normaal;

8^o. *phenolphthaleïneoplossing*, verkregen door 1 gram op te lossen in 100 c.M³. alkohol van 60 percent.

Uitvoering der analyse.

Uit de phosphorzuuroplossing, verkregen als omschreven bij de molybdeenmethode sub *a* of sub *b*, worden zooveel c.M³. in een bekerglas van Jena-glas gepipetteerd dat 9 tot 20 milligram phosphorzuur (P_2O_5) in bewerking wordt genomen, waarna 60 c.M³. van het ammoniumnitraat-salpeterzuur-zwavelzuurmengsel (zie sub 5) worden toegevoegd.

Men verwarmt nu op een kopergaas totdat de vloeistof juist kookt (d.w.z. totdat de dampbellen de oppervlakte bereiken), laat 1 minuut afkoelen, voegt onder omroeren in eens (niet druppelsgewijze) 10 c.M³. molybdeenoplossing toe, laat het neerslag grootendeels bezinken, voegt dan na ongeveer 1 minuut onder omroeren nog 5 c.M³. molybdeenoplossing toe en filtreert na 7 minuten de boven het neerslag staande vloeistof af.

Het neerslag wordt vervolgens door opgieten van water en decanteeren 5 à 6 maal in het bekerglas uitgewasschen en vervolgens op het filter gebracht, waarna neerslag en filter met water uitgewasschen worden totdat de zure reactie ten opzichte van lakmoespapier is verdwenen (lakmoespapier brengen achter tegen het filter).

Het filter met neerslag wordt nu weer in het bekerglas gebracht, ongeveer 50 c.M³. water toegevoegd en onder voortdurend roeren met een glasstaaf (met caoutchouc ringetje), waarbij het papier tot een papje wordt aangeroerd, zooveel 0,3422 normaal loog toegevoegd, dat het gele neerslag oplost. Een overmaat van enkele c.M³. loog is geoorloofd. Vooral moet er op gelet worden, dat de aan het filtreerpapier gehechte deeltjes van het gele neerslag worden opgelost. Dit bereikt men door wrijven tegen den wand of door de stukjes er uit te halen en er loog op te druppelen.

Men voegt nu ongeveer 5 druppels phenolphthaleïne-oplossing toe en titreert terug met zwavelzuur van 0,3422 normaal, totdat de roode kleur juist is verdwenen; door één druppel loog wordt de vloeistof weer rose. Hiermede is het eindpunt bereikt. Het verschil tusschen het aantal c.M³. loog en zuur geeft, omgerekend op 100 milligram stof, direct het percentage P_2O_5 aan.

D. *Methode von Lorenz.*

Benodigde reagentiën:

1°. *sulfaat-molybdeenoplossing*, bereid als volgt: 100 gram ammoniumsulfaat wordt in salpeterzuur, s. g. 1,36, opgelost tot 1 liter. Eveneens wordt 300 gram ammoniummolybdaat opgelost in water tot 1 liter.

Na afkoeling wordt de molybdeenoplossing in een dunnen straal, onder voortdurend omreren, geschonken bij de ammoniumsulfaatoplossing.

Na 48 uur wordt de oplossing gefiltreerd en daarna in het donker bewaard;

2°. *zwavelzuurhoudend salpeterzuur*, bereid door bij 1 liter salpeterzuur, s. g. 1,20, te schenken 30 c.M³. zwavelzuur, s. g. 1,84;

3°. *oplossing van ammoniumnitraat* in water (2 = 100). Ingeval de oplossing niet zuur reageert, worden per liter een paar druppels sterk salpeterzuur toegevoegd;

4°. *alkohol* van 90—95 volumpercenten;

5°. *aether*, waarvan 150 c.M³. althans nog ongeveer 1 c.M³. water kunnen opnemen;

6°. *aceton*, s. g. 0,8, welke vrij van aldehyde moet zijn.

Uitvoering der analyse.

Van het filtraat, verkregen als bij de molybdeenmethode, modificatie *a.* of *b.*, worden 10 c.M³., waarin hoogstens 0,050 gram P₂O₅ aanwezig mag zijn, in een beker-glas van Jena-glas overgebracht en, na toevoeging van 40 c.M³. zwavelzuurhoudend salpeterzuur, verhit totdat de vloeistof begint te koken. Na het beker-glas gedurende ongeveer 10 seconden omgeschud te hebben, zoodat de wanden van het glas niet oververhit zijn, wordt 50 c.M³. sulfaatmolybdeenoplossing in eens (niet druppels-gewijze) toegevoegd, waarbij er op gelet moet worden, dat de sulfaatmolybdeenoplossing den wand van het beker-glas niet aanraakt. Nu laat men hoogstens 5 minuten rustig staan en schudt dan een halve minuut flink om.

Het neerslag wordt na 2—18 uur gestaan te hebben (bij oplossingen met minder dan 0,003 gram P₂O₅ 12—18 uur) door een filterkroes gefiltreerd, eerst uitgewasschen met ammoniumnitraat, daarna met alcohol en ten slotte met aether *). Na den kroes voorzichtig te hebben afgedroogd, wordt deze gedurende een half uur geplaatst in een ruimte bij 100—200 millimeter luchtdruk en daarna gewogen.

P₂O₅ = 0,03295 maal de gevonden hoeveelheid neerslag.

*) In plaats van met alcohol en aether, kan ook met aceton worden uitgewasschen.

Bepaling van kali.

Hierbij kunnen worden toegepast:

- 1°. de reductiemethode, door reductie van het kalium-platinachloride en weging als platina;
- 2°. de platinamethode door weging als kaliumplatinachloride;
- 3°. de overchlorzuurmethode door weging als kaliumperchloraat.

Benodigde reagentiën:

- 1°. een waterige oplossing van *platinachloride*, bevattende 1 gram platina op 10 c.M³., welke geheel vrij is van platinachloruur en van salpeterzuur en die door herhaalde indamping met water van het overtollige zoutzuur bevrijd is;
 - 2°. een oplossing van *bariumchloride* in water (122 = 1000);
 - 3°. *calciumoxyde of calciumhyäroxyde in poedervorm*;
 - 4°. een oplossing van *overchlorzuur*, s. g. 1,12;
 - 5°. *alkohol* van 80 en 96 volumpercenten;
 - 6°. *alkoholische overchlorzuuroplossing* (100 c.M³. alkohol van 96 volumpercenten te vermengen met 1 c.M³. van de oplossing sub 4);
 - 7°. *aether*;
 - 8°. *zoutzuur* van s. g. 1,125 (25 percent);
 - 9°. een oplossing van *natriumformiaat* ter sterkte van 10 percent.
-

Behandeling voor de reductie-methode.

(Voor alle kalihoudende meststoffen).

A.

In water oplosbare kali.

Men kookt 10 gram der stof in een kolf van $\frac{1}{2}$ liter, gedurende $\frac{1}{2}$ uur met ongeveer 300 c.M³. water en 1 c.M³. zoutzuur.

Na bekoeling wordt aangevuld tot $\frac{1}{2}$ liter en gefiltreerd.

B.

In mineraalzuur oplosbare kali.

Men kookt 10 gram der stof in een kolf van $\frac{1}{2}$ liter met 75 c.M³. zoutzuur en 125 c.M³. water gedurende $\frac{1}{2}$ uur. Na bekoeling wordt aangevuld tot $\frac{1}{2}$ liter en gefiltreerd.

Is de meststof silicaat-houdend, dan worden 100 c.M³. van het filtraat tot droog ingedampt en eenigen tijd op het waterbad scherp gedroogd. Het residu wordt in water, dat met een paar druppels zoutzuur zwak zuur gemaakt is, opgenomen en ongeveer 10 minuten gekookt. Na afkoeling wordt aangevuld tot 100 c.M³. en gefiltreerd.

50 c.M³. van het filtraat verkregen volgens A of B, worden na toevoeging van 1 c.M³. zoutzuur tot droog ingedampt.

Zijn ammoniumzouten of organische stoffen aanwezig, dan worden deze door zacht gloeien verwijderd *).

Het residu wordt in water, dat met een paar druppels zoutzuur zwak zuur is gemaakt, opgenomen, in een kolfje van 100 c.M³. gebracht, aangevuld en zoo noodig gefiltreerd.

50 c.M³. van de aldus verkregen oplossing worden verder behandeld, als bij de reductiemethode is voorgeschreven (Zie bladzijde 19).

*) Om vervluchtiging van kaliumchloride te voorkomen, is het doeltreffend de schaal hierbij op een pijpsteelen driehoekje te plaatsen en door heen en weer bewegen der vlam er voor te zorgen, dat de schaal plaatselijk niet te hoog wordt verhit.

Behandeling der enkelvoudige meststoffen (kalizouten), voor de platina- en de overchlorzuurmethode.

A.

In water oplosbare kali.

10 gram der stof wordt in een kolf van $\frac{1}{2}$ liter met ongeveer 300 c.M³ water en 1 c.M³ zoutzuur $\frac{1}{2}$ uur gekookt. Na bekoeling wordt aangevuld tot $\frac{1}{2}$ liter en gefiltreerd.

B.

In mineraalzuur oplosbare kali.

• 10 gram der stof wordt in een kolf van $\frac{1}{2}$ liter, gedurende $\frac{1}{2}$ uur met 75 c.M³ zoutzuur en 125 c.M³ water gekookt. Na bekoeling wordt aangevuld tot $\frac{1}{2}$ liter en gefiltreerd.

Bij meststoffen, die geen kiezelzuur bevatten, dampst men 100 c.M³ tot droog toe in, neemt de rest op in water onder toevoeging van een paar druppels zoutzuur, vult aan tot 100 c.M³ en filtreert.

Is de meststof silicaathoudend, dan worden 100 c.M³ van het filtraat tot droog ingedampt en eenigen tijd op het waterbad scherp gedroogd. Het residu wordt in water, dat met een paar druppels zoutzuur zwak zuur gemaakt is, opgenomen en ongeveer 10 minuten gekookt. Na afkoeling wordt aangevuld tot 100 c.M³ en de oplossing gefiltreerd.

Van het filtraat, verkregen volgens A of B, worden genomen 50 c.M³ of bij hoog percentige kalizouten 25 c.M³ en in de kookhitte het zwavelzuur met de oplossing van bariumchloride, welke druppelsgewijze toegevoegd wordt, neergeslagen, zoodat slechts een zeer geringe overmaat bariumchloride gebruikt wordt.

Na bekoeling wordt aangevuld tot 100 c.M³ en gefiltreerd.

50 c.M³ van het filtraat worden verder behandeld, als bij de platina- of overchlorzuurmethode is aangegeven (Zie bladzijde 19).

Behandeling der samengestelde meststoffen, voor de platina- of voor de overchlorzuurmethode.

A.

In water oplosbare kali.

Men kookt 10 gram der stof in een kolf van $\frac{1}{2}$ liter gedurende $\frac{1}{2}$ uur met ongeveer 300 c.M³. water en 1 c.M³. zoutzuur.

Bij de aldus verkregen vloeistof voegt men in de kolf 10 gram calciumoxyde of 15 gram calciumhydroxyde en kookt een kwartier of zooveel langer als noodig is om alle ammoniak te verdrijven *).

Na bekeeling wordt tot $\frac{1}{2}$ liter aangevuld en gefiltreerd.

Zijn nitraten aanwezig, dan worden 100 c.M³. van het filtraat met zoutzuur drooggedampt en na opname van het residu in water, dat met een paar druppels zoutzuur zwak zuur gemaakt is, tot 100 c.M³. gebracht en zoo noodig gefiltreerd.

B.

In mineraalzuur oplosbare kali.

20 gram der stof wordt in een kolf van $\frac{1}{2}$ liter gedurende $\frac{1}{2}$ uur met 150 c.M³. zoutzuur en 250 c.M³. water gekookt.

Na bekoeling wordt aangevuld tot $\frac{1}{2}$ liter en gefiltreerd. 100 c.M³. van het filtraat worden tot droog ingedampt en, zoo noodig ter verwijdering van het kiezelzuur, eenigen tijd op het waterbad scherp gedroogd. Het residu wordt in water, dat met een paar druppels zoutzuur zwak zuur gemaakt is, opgenomen, ongeveer 10 minuten gekookt en na afceelen aangevuld tot 100 c.M³. en gefiltreerd.

50 c.M³. van dit filtraat worden in een kolfje van 100 c.M³. gebracht en na toevoeging van 1 gram calciumoxyde of 1,5 gram calciumhydroxyde gedurende een kwartier gekookt of zooveel langer als noodig is om alle ammoniak te verdrijven *).

Na afkoeling wordt aangevuld tot 100 c.M³. en gefiltreerd.

C. Zijn ammoniumzouten en (of) organische stoffen aanwezig, dan worden 50 c.M³. van het filtraat, verkregen volgens A of B, in een platinaschaal drooggedampt en deze stoffen door zacht gloeien verwijderd **). Het residu wordt in water, dat met een paar druppels zoutzuur zwak zuur gemaakt is, opgenomen, gefiltreerd en uitgewassen met warm water.

De volgens A, B of C verkregen oplossing wordt ter verwijdering van het sulfaat, met bariumchlorideoplossing behandeld als bij de enkelvoudige meststoffen is aangegeven.

50 c.M³. van het filtraat worden ten slotte behandeld als bij de platina- of overchlorzuurmethode is aangegeven (blz. 19).

*) Bevat de stof veel organische bestanddeelen, of veroorzaakt een kleinere hoeveelheid organische stof een lastig schuimen bij het koken met kalk, dan wordt niet gekookt en de ammoniak verwijderd, maar op een kleine vlam of in een kokend waterbad gedurende een half uur gedigereerd, waarbij nu en dan wordt omgeschud.

**) Om vervluchtiging van kaliumchloride te voorkomen, is het doeltreffend de schaal hierbij op een pijpsteelen driehoek te plaatsen en door heen en weer bewegen van de vlam er voor te zorgen, da de schaal plaatselijk niet te hoog wordt verhit.

Omschrijving der reductie-, platina- en overchlorzuurmethode.

1. Reductiemethode.

De oplossing (= $\frac{1}{2}$ gram der stof) wordt met 10 c.M³. oplossing van platinachloride tot bijna droog ingedampt, met alcohol van 80 volumpercenten aangeroerd en met behulp van een van gummi voorzien staafje gewreven om de grootere kristallen fijn te maken en op het filter met alcohol van 80 percent uitgewasschen.

Het neerslag wordt daarna opgelost in warm water en de oplossing in 50 c.M³. oplossing van natriumformiaat gebracht en gekookt tot volledige reductie is waar te nemen.

Vervolgens wordt met een paar druppels zoutzuur zuur gemaakt, het gereduceerde platina op het filter gebracht en met koud water, waaraan een paar druppels zoutzuur zijn toegevoegd, uitgewasschen, waarna het met het filter wordt verascht en gewogen.

Kali = 0,4837 maal de gevonden hoeveelheid platina.

2. Platinamethode.

De oplossing (= $\frac{1}{2}$ gram, resp. $\frac{1}{4}$ gram der stof) wordt met 10 c.M³., respectievelijk 5 c.M³. platinachloride-oplossing, tot bijna droog ingedampt. Na afkoeling wordt ongeveer 15 c.M³. 80 percentigen alcohol toegevoegd en de kristal massa met behulp van een van gummi voorzien staafje goed fijn gewreven. Het aldus verkregen praecipitaat laat men een poos staan om het daarna te brengen op een bij 120° gedroogd klein filter of in een filterkroes (waarbij herhaalde malen met kleine hoeveelheden alcohol van 80 percent wordt fijngewreven en gedecanteerd vóór dat het praecipitaat op het filter wordt gebracht); eindelijk wordt het uitgewasschen, eerst met 80-percentigen alcohol, daarna met aether en vervolgens bij 120° tot constant gewicht gedroogd en gewogen.

Kali = 0,194 maal de gevonden hoeveelheid kaliumplatinachloride.

3. Overchlorzuurmethode.

De oplossing (= $\frac{1}{2}$ gram, resp. $\frac{1}{4}$ gram der stof) wordt in een donker geglaazuurd porcelein schaalje met 6 c.M³., respectievelijk 3 c.M³. overchlorzuuroplossing zoolang ingedampt, tot de reuk naar zoutzuur verdwenen is en witte nevels van overchlorzuur zich beginnen te ontwikkelen.

Na afkoeling wordt ongeveer 5 c.M³. van de alcoholische overchlorzuuroplossing toegevoegd, de droogrest met behulp van een van gummi voorzien staafje goed fijngewreven en na bezinking de vloeistof door een vooraf bij 120° gedroogd en gewogen filter (diameter circa 5 c.M.) of filterkroes gefiltreerd.

Deze bewerking wordt minstens 3 maal herhaald en daarna het neerslag in zijn geheel op het filter, respectievelijk in den filterkroes, gebracht en verder uitgewasschen met alcoholische overchlorzuuroplossing.

De totale hoeveelheid gebruikte alcoholische overchlorzuuroplossing bedrage niet meer dan 40 c.M³.

Ter verwijdering van den zuren alcohol wordt, bij gebruik van een filterkroes, nagewasschen met zo weinig mogelijk, hoogstens met 10 c.M³. alcohol van 96 percent en, bij gebruik van een filter, met ongeveer 30 c.M³. 96 percentigen alcohol of dezelfde hoeveelheid van een mengsel, bestaande uit gelijke deelen alcohol en aether; daarna gedroogd bij 120° tot constant gewicht.

Kali = 0,340 maal de gevonden hoeveelheid kaliumperchloraat.

Bepaling van calciumcarbonaat in mergel.

Benodigde reagentiën :

- 1^o. *ijszijn*;
- 2^o. *een standaardpoeder van volkomen zuiver en droog calciumcarbonaat.*

Toestellen :

twee geheel gelijke Scheiblerapparaten.

Uitvoering der analyse.

20 gram der stof wordt zeer fijn gewreven en daaruit de voor het onderzoek benodigde hoeveelheid genomen, welke wordt gekozen naar het volumen koolzuur, dat in het apparaat kan worden gemeten.

Deze hoeveelheid wordt in een kleinen mortier met 2 c.M³. water flink fijngewreven.

De verkregen suspensie wordt voorzichtig in de ontwikkelingsflesch van een Scheiblerapparaat afgeschonken, waarna het fijnwrijven en afschenken met zeer kleine hoeveelheden water zoo vaak wordt herhaald, tot alle stof in de flesch is overgebracht.

Voor deze bewerking moet totaal 10 c.M³. water worden gebruikt. Daarna wordt 4 c.M³. ijszijn in het bekertje gebracht en de ontwikkelingsflesch gesloten.

Na ongeveer 10 minuten wordt op nul ingesteld en het toestel gesloten, vervolgens het zuur uit het bekertje bij de stof gebracht en zoolang geschud, tot geen gasontwikkeling van beteekenis meer plaats heeft *).

Na minstens 10 minuten wordt het gasvolumen afgelezen en opnieuw geschud. Deze bewerking wordt zoolang herhaald, tot de koolzuurontwikkeling volkomen is geëindigd.

Gelijktijdig wordt een hoeveelheid zuiver gepraecipiteerd calciumcarbonaat, als noodig om een ongeveer gelijk volumen koolzuur te ontwikkelen als de stof waarin het gehalte aan calciumcarbonaat bepaald wordt, in het andere apparaat gebracht met 10 c.M³. water en vervolgens met 4 c.M³. ijszijn behandeld als boven omschreven.

Uit de afgelezen volumina en de gebruikte hoeveelheden stof wordt het gehalte aan calciumcarbonaat berekend.

*) De ontwikkelingsflesch moet bij het schudden slechts aan den hals worden vastgehouden, terwijl bij de cirkelende beweging de vloeistof niet tegen de stop mag komen.

Bepaling van calciumoxyde en calciumhydroxyde in ongebluschte en gebluschte kalk.

Benodigde reagentiën :

- 1^o. $\frac{1}{10}$ normaal zuur;
- 2^o. *phenolphthaleïneoplossing*, verkregen door 1 gram op te lossen in 100 c.M³. alkohol van 60 percent.

Uitvoering der analyse.

5 gram der stof wordt met 5 liter water in een stopflesch gebracht; daarbij wordt de kalk met een deel van het water zorgvuldig en zoo vlug mogelijk in een mortier zeer fijn aangewreven, en zoo bij portien in de flesch geslibd. Men laat 24 uren staan onder herhaald krachtig omschudden, waarna 250 c.M³. worden afgepipetteerd en met $\frac{1}{10}$ normaal zuur getitreerd, met phenolphthaleïne als indicator. Deze bewerking wordt herhaald totdat na 24 uren de titer constant is gebleven.

Bepaling van perchloraat in Chilisalpeter.

Benodigde reagentiën :

- 1°. *zilvernitraatoplossing* van bekende sterkte;
- 2°. *ammoniumsulfocyanideoplossing* van bekende sterkte;
- 3°. *koud verzadigde oplossing van ferri-ammonium-sulfaat*;
- 4°. *salpeterzuur* s. g. 1,317.

Toestel:

een koperen kroes met een middellijn van ongeveer 5,5 c.M. en een hoogte van 8 c.M., voorzien van een goed sluitend deksel.

Uitvoering der analyse.

100 gram Chilisalpeter wordt opgelost met water tot $\frac{1}{2}$ liter.

In 50 c.M³. dezer oplossing bepaalt men het chloor, gebonden als chloride, door titratie volgens Volhard.

Tegelijk worden 50 c.M³. der oplossing tot droog ingedampt, de droogrest bij 120° gedroogd en vervolgens gebracht in den koperen kroes.

Om den kroes hangt een asbesten ring, aangebracht ter halver hoogte van den kroes.

Men verhit gedurende 7—8 minuten den kroes met de blaasvlam, zóó, dat de vlam loodrecht tegen den bodem aanspeelt en zoo weinig mogelijk den zijwand raakt.

Als er dampen beginnen te ontwijken draagt men zorg de vlam wat te temperen.

Men lost, na afkoeling, den inhoud van den kroes in heet water op, spoelt het schaalje waarin men de 50 c.M³. der oplossing heeft verdampt met wat water uit en voegt dit er bij, brengt na afkoeling tot 250 c.M³. en filtreert.

Bij 200 c.M³. filtraat voegt men 16 c.M³. salpeterzuur, s. g. 1,317, en kookt 10 à 15 minuten, in elk geval zoolang tot de vloeistof kleurloos is geworden.

Na afkoeling wordt volgens Volhard het chloor getitreerd.

Uit het verschil der chloortitraties (vóór en na gloeien), welke beide geheel op dezelfde wijze behooren te geschieden, berekent men het gehalte aan kaliumperchloraat.

Bepaling van ijzer- en aluminiumoxyde.

Methode Glaser-Jones-Stutzer-Vogel.

(Bij natuurlijk phosphaat).

Benoodigde reagentiën:

- 1^o. *salpeterzuur* van 1,317 s. g.;
- 2^o. *verdund salpeterzuur* (20 c.M³. zuur van 1,317 s. g. en 1000 c.M³. water);
- 3^o. *zcutzuur* van 1,125 s. g.;
- 4^o. *verdund zwavelzuur* (1 = 5);
- 5^o. *alkhol* van 96 volumpercenten;
- 6^o. *waterige oplossing van methyloranje* (1 = 1000);
- 7^o. *molybdeenoplossing* als bij het onderzoek op phosphorzuur volgens de molybdeenmethode (A sub 1);
- 8^o. *ammonia* van 20 percent;
- 9^o. *waterige oplossing van natriumacetaat* (1 = 100);
- 10^o. *waterige oplossing van ammoniumnitraat* (10 = 100).

Uitvoering der analyse.

10 gram der tot poeder gebrachte stof wordt met 35 c.M³. salpeterzuur, 30 c.M³. zoutzuur en 5 c.M³. water, in een kolf van 500 c.M³. gedurende een half uur zacht gekookt. Na aanvulling en filtrering worden 50 c.M³. der oplossing in een bekersglas tot op de helft ingedampt, terwijl de vloeistof nog warm is 10 c.M³. verdund zwavelzuur en 150 c.M³. alkhol van 96 percent toegevoegd en flink geroerd.

Na minstens 3 uren wordt het calciumsulfaat op een zuigfilter van 11 c.M. diameter gebracht en zoolang met alkhol uitgewasschen totdat de waschalkohol methyloranje niet meer rood kleurt. Het filtraat met den waschalkohol worden in een kolf volgens Erlenmeijer van ongeveer 450 c.M³. inhoud gebracht, de alkhol zoo volledig mogelijk afgedestilleerd en het residu met 10 c.M³. salpeterzuur eenige minuten zacht gekookt.

Daarna voegt men ongeveer 100 c.M³. water toe, verhit tot koken en slaat, met een tamelijke overmaat ammonia, ijzer en aluminium als phosphaten neer.

Men laat nu tot den volgenden dag overstaan, waarbij zich tevens magnesiumammoniumphosphaat in kleine kristallen tegen den wand afzet, en filtreert. Het op het filter gebrachte neerslag wordt twee keer uitgewasschen met een heete één-percentige oplossing van natriumacetaat, welke met ammonia even alkalisch is gemaakt.

Trechter met filter worden op een kolf volgens Erlenmeijer van ongeveer 300 c.M³. geplaatst en de inhoud van het filter opgelost in de molybdeenoplossing door deze er langzaam op te druppelen, waarbij men voor elke vijf percent ijzeroxyde en aluminiumoxyde 50 c.M³. dezer oplossing gebruikt.

Nadat het filter nog met een weinig verdund salpeterzuur is nagewasschen, wordt de inhoud van het kolpje even opgekookt, het gele neerslag dadelijk afgefiltreerd, met ammoniumnitraatoplossing uitgewasschen en uit filtraat en waschvloeistof in de warmte met ammonia het ijzer en aluminium als hydroxyden neergeslagen (na neutralisatie moet nog minstens 10 c.M³. ammonia worden toegevoegd).

Nadat even is opgekookt en het neerslag zich afgezet heeft, filtreert men heet en wast met een één-percentige oplossing van ammoniumnitraat, welke met ammonia zwak alkalisch is gemaakt, na.

In een platina kroes wordt verascht, daarna 5 minuten gegloeid in de blaasvlam, en gewogen als $\text{Fe}_2\text{O}_3 + \text{Al}_2\text{O}_3$.

Bepaïing van fijnmeel.

(Bij Thomasphosphaatmeel en natuurlijke phosphaten).

Toestellen:

- 1°. een zeef n°. 1 met ronde openingen van 1,5 m.M. middellijn;
- 2°. een draadzeef n°. 2, van minstens 20 c.M. middellijn met een onderlingen afstand der draden van 0,17 m.M., dus met een grootte der mazen van 0,029 m.M². Dit is draadzeef N° 100 van Amandus Kahl te Hamburg.

Uitvoering der analyse.

Het geheele monster gaat eerst door de zeef n°. 1; de stukjes, die achterblijven en tegen een zachte drukking met den vinger bestand zijn, worden gewogen en bij de berekening van de fijnheid als waardeloos in rekening gebracht.

Uit het aldus gezeefde deel wordt een goed gemiddeld monster van 50 gram genomen en dit gedurende een kwartier machinaal gezeefd door zeef n°. 2; het achterblijvende wordt gewogen en daarmee de fijnheid berekend, met inachtneming van het gevonden waardelooze.

Bij natuurlijke phosphaten wordt een gedeelte van het door zeef n°. 1 gegane een half uur lang bij 100° gedroogd en van de gedroogde stof 50 gram afgewogen, gezeefd en daarna de fijnheid als boven bepaald.

Deze methoden van onderzoek zijn voorgesteld door het college van directeuren der Rijkslandbouwproefstations ingevolge art. 61 van het Koninklijk besluit van 6 September 1915 (Staatsblad n° 387) tot regeling van den dienst der Rijkslandbouwproefstations en vastgesteld, ingevolge hetzelfde artikel, door den Directeur-Generaal van den Landbouw bij beschikking van 6 December 1918, Directie van den Landbouw, n° 15267, 2e afdeeling.

INHOUD.

	Bladzijde.
Bepaling van stikstof.	3—8
„ „ phosphorzuur.	9—14
„ „ kali.	15—19
„ „ calciumcarbonaat in mergel	20
„ „ calciumoxyde en calciumhydroxyde in ongebluschte en gebluschte kalk	20
„ „ perchloraat in Chilisalpeter	21
„ „ ijzer- en aluminiumoxyde.	22
„ „ fijnmeel	23
