

Fe_2O_3 an letzter Stelle. Zahlenmässig ergibt sich etwa folgendes Bild: ca 3% Na_2CO_3 (dessen Menge beim Glühen der kaustischen Soda abnimmt); ca 0,1% Na_2SO_4 ; ca 1% $NaCl$; ca 0,3% Na_2SiO_3 ; Spuren Al_2O_3 und Fe_2O_3 .

8. Die früheren Versuchsergebnisse von A. Krause über die Herstellung sulfatfreier kaustischer Soda (Roczniki Chem. 5, 395 ff. (1925); C. II. 2939 (1926) konnten bestätigt werden.

Institut f. Pflanzenphysiologie u. Agrikulturchemie der Universität Poznań.

O racjonalnym sposobie pobierania prób węgla kamiennego, do analizy chemicznej.

Sur un procédé rationel pour prélever des échantillons d'houille.

K. KLING i J. PFANHAUSER

Chemiczny Instytut Badawczy, Dział Analityczny.

Nadeszło 3 września 1930.

Komunikat 34.

Wobec tego, że Dział Analityczny Chemicznego Instytutu Badawczego w ostatnich latach zdobył duże doświadczenie w sprawie poboru prób i analiz paliwa, zwłaszcza węgla kamiennego, uważamy za stosowne podać do wiadomości stosowane przez nas metody postępowania przy pobieraniu prób węgla¹⁾.

Sprawa właściwego i racjonalnego sposobu pobierania i przygotowywania prób węglowych do analizy należy do trudnych i nader odpowiedzialnych czynności. Większość sporów z powodu niezgodności wyników analitycznych tej samej próby pochodzi z nieprawidłowego pobrania lub wymieszania i zagęszczenia próby. Trudność racjonalnego pobrania prób węgla kopalnego pozostaje w związku z tem, że przedstawia on materiał o wyjątkowo niejednorodnym składzie, zawiera prócz substancji węglowej (która również rzadko kiedy przedstawia jedną tylko odmianę petrograficzną, a w większości wypadków jest niejednorodną mieszaniną kilku odmian, jak: durytu witrytu, fuzytu), liczne wprysnięcia i przerosty jak: lupki, piryty, kalcyty i inne.

Wobec tej niejednorodności materiału, jakim jest węgiel kopalny, należy przy racjonalnym poborze próby wyodrębnić dwie fazy czynności:

1) pobranie 100—150 kg węgla (t. zw. „dużej próby”) w taki sposób, ażeby o ile możności,

¹⁾ Poniżej podane sposoby pobierania prób węgla kamiennego zostały przyjęte za podstawę przez Podkomisję Normalizacji metod analizy węgla kamiennego Polskiego Komitetu Normalizacyjnego przy opracowywaniu projektu norm pobierania prób węgla, przedstawionego w Paryżu na posiedzeniach Międzynarodowego Związku Normalizacyjnego I. S. A. (International Standards Association) w maju 1930 r.

ta ilość przedstawiała istotnie średni skład badanej masy węgla.

2) zagęszczenie powyższej „dużej próby” do ilości 5—10 kg (t. zw. „małej próby”), w taki sposób, ażeby pod względem średniego składu odpowiadała ona próbie dużej.

Bardziej odpowiedzialną jest pierwsza czynność, od niej zależy przedewszystkiem ostateczny wynik analizy, druga bowiem czynność daje się łatwiej zeszlakować. O ile zagęszczenie „dużej próby” wymaga tylko sumiennego wypełnienia przepisowych czynności, o tyle jej pobranie wymaga od pobierającego technologicznej inteligencji i sporej dozy krytycyzmu, przedewszystkiem przy sortymentach o wyższych wymiarach (pospółka, gruby, kostki).

I. POBIERANIE „DUŻEJ PRÓBY”

A) węgla wydobytego (sortowanego, pospółki i t. p.)

B) węgla z pokładów geologicznych.

ad A) Pobieranie próby z taśmy w sortowni.

Sortymenty od największych wymiarów do 35 mm (gruby, kostki i orzech I) pobieramy ręcznie, zaś sortymenty drobniejsze od (35 mm wdół) przy pomocy łopaty. Waga próby przeciętnej nie powinna być mniejsza niż 150 kg (dwoje większych lub troje mniejszych noszy, jakie zazwyczaj znajdują się do dyspozycji w każdej kopalni).

Pobieranie na taśmie (w czasie ładowania wagonów) odbywa się w ten sposób, że pobierający próbę w równych odstępach czasu wskazuje robotnikowi na poszczególne kawałki sortymentów grubszych (od 35 mm wzwyż), kierując się w tym wyborze różnemi wielko-

ściami danego sortymentu i odmiennym wyglądem zewnętrznym i strukturalnym poszczególnych kawalków, które robotnik na jego zlecenie wrzuca do obok podstawionych noszy. Przy sortymentach poniżej 35 mm posługujemy się łopata. Robotnik przesuwając łopatę w poprzek biegnącej taśmy w regularnych odstępach czasu, przyczem zwraca uwagę, ażeby węgiel ułożył się na łopacie równą warstwą (należy unikać napelniania łopaty „z czubem”).

Pobieranie prób z wagonów.¹⁾

Przy pobieraniu prób z wagonu wyznaczamy na powierzchni załadowanego sortymentu węglowego 8—10 symetrycznych miejsc, z których po wykopaniu otworów głębokich na pół metra pobiera się średnią próbę, którą ręcznie lub łopata w zależności od wielkości sortymentu przenosi się do przygotowanych noszy.

Pobieranie prób z bunkrów, hałd i magazynów.

Powinno się ono odbywać w wyjątkowych wypadkach. Pobieranie prób z bunkrów stosujemy tylko dla drobnych sortymentów (poniżej 35 mm). Zасыpuje się dwa wózki tonnowe, z których przy pomocy łopat, sporządza się średnią próbę w ilości około 150 kg.

Przy pobieraniu prób z hałd i magazynów, po oszacowaniu zapasu węgla na oko, oznacza się kilka do kilkunastu symetrycznie rozmieszczonych punktów, w których wykopuje się otwory głębokości od 1½—2 m (wierzchnią warstwę grubości około 1 m należy odrzucić, gdyż jest ona zawsze w większym lub mniejszym stopniu zwietrzała). Z tych otworów pobiera się średnią próbę w ilości około 150 kg.

Pobieranie próby pospółki.

Najwięcej trudu sprawia prawidłowe pobranie próby pospółki, co zachodzi jednak tylko w wyjątkowych wypadkach. W tym razie należy uwzględnić procentowy stosunek wydobycia z różnych pokładów w danej chwili na

kopalni, stosownie do informacji udzielonych przez kierownika kopalni. Jeżeli w danym momencie idzie na sortownię węgiel z dwóch pokładów A i B w stosunku 2 : 1, to należy wybrać z wózków, biegnących ze szybu na sortownię, dwa z pokładu A i jeden z pokładu B. Wózki te przewraca się na czyste miejsce (najlepiej na blachach żelaznych sortowni) i pobiera z każdego po 50 kg w tej samej proporcji, najpierw grubsze kawalki (ręcznie), wkońcu drobny węgiel (łopata).

ad B) Pobieranie prób węglowych z pokładów geologicznych.

W miejscu oznaczonym uprzednio na karcie kopalnianej, rozkłada się wzdłuż chodnika, tuż przy miejscu pobrania próby, płachtę płócienną o powierzchni 6—10 m², i przy pomocy kilofów wyrębuje się w ociosie chodnika lub w ścianie filaru wcinę od stropu aż do spągu. Weinka powinna mieć 15—20 cm szerokości i 10—15 cm głębokości. Jeżeli pokład eksploatowany jest w kilku warstwach (tam, gdzie niema wyrobiska z odsłoniętym całym pokładem) w takim razie należy brać kilka prób na poszczególnych częściach pokładu i tworzyć z nich jedną przeciętną próbę.

Próbę zbiera się na płachcie, przesypuje do nowych worków, plombuje, opatruje numerem i zapiskiem, i przewozi w miejsce zagęszczenia próby. Próby pokładowe winny być pobierane przez geologów w obecności urzędników technicznych danej kopalni.

Przy pobieraniu prób węglowych należy mieć na uwadze, że żwir, kawalki drewna i t. p. ciała, które stanowią mechaniczne, względnie przy padkowe zanieczyszczenia węgla, powinny być z próby usunięte. Natomiast w żadnym wypadku nie można usuwać z próby lupków i części mineralnych, stanowiących naturalne, (pierwotne) składniki węgla.

II. ZAGĘSZCZENIE „DUŻEJ PRÓBY”

1. Urządzenie do zagęszczenia próby.

a) Miejsce do sporządzania prób najkorzystniej wybrać w pobliżu sortowni i warsztatów na świeżym powietrzu pod dachem. Najpraktyczniejszym okazał się kwadrat 2×2 m betonowany i wyłożony płytami żelaznymi 8—10 mm grubości, obwiedziony dokola drem-

¹⁾ Projekty norm polskich przewidują pobieranie prób węgla od największych wymiarów do 35 mm przez zasypywanie przystawionych z boku wagonu trzech skrzyń. Metoda ta ma dobre strony, gdyż jest szybka, nie daje jednak tej pewności średniej próby całego wagonu, jaką uzyskujemy przy naszej metodzie.

nianą listewką wysokości 10—15 *cm*. W jednym z rogów kwadratu usuwa się 50 *cm* listewki (w celu szybkiego wymiatania śmieci, niepotrzebnego węgla i t. p.),

b) czworo noszy (drewniane skrzynki z drążkami po bokach) każde o pojemności około 50 *kg*.

c) cztery tłuczki do tłuczenia węgla w pozycji stojącej, dwa cięższe młotki (dla węgla twardego) i dwie łopaty.

d) jedną listwę drewnianą o długości $2\frac{1}{2}$ *m* do dzielenia kwadratu wzdłuż przekątnej na cztery trójkąty,

e) zapas puszek z blachy żelaznej cynkowanej o wymiarach: wysokość około 300 *mm*, średnica około 200 *mm*, z dopasowaną pokrywą. Puszki i pokrywy opatrzone są widocznymi numerami, najlepiej wyciśniętymi w blaszce.

2. Zagęszczenie próby:

Zasada zagęszczenia próby polega na rozdrobnieniu węgla do ziarna o równej wielkości, dokładnym jej wymieszaniu, dzieleniu przekątniami na cztery trójkąty, usuwaniu dwóch naprzemianległych, dalszem rozdrabnianiu, mieszanii i t. d.

Przy zagęszczaniu „dużej próby” najpraktyczniejszą okazała się ilość czterech pomocników, z których dwóch (nie więcej) zajętych jest samem zagęszczaniem próby, a inni donoszeniem materiału.

Czynności te w szczegółach przedstawiają się w sposób następujący:

Całą próbę wsypuje się w obręb kwadratu (rysunek 1) rozprowadza równą warstwą i rozbija tłuczki do wielkości około 50 *mm*, przy sortymentach grubszych. (rysunek 2).



Rysunek 1.

Należy przytem uważać, by robotnicy nie wchodzili w obręb kwadratu bez dokładnego oczyszczenia obuwia.

Mieszanie odbywa się przez dwóch robotników. W środku kwadratu oczyszcza się krąg o średnicy 1 metra i jednocześnie, pobierając węgiel z przeciwległych stron kwadratu, zsypuje się na środek z wysokości około 50 *cm*, trzymając łopaty zwrócone do wewnątrz (rysunek 3).

Czynność tę należy wykonać dwukrotnie, poczem rozprowadza się przemieszany węgiel równą warstwą na całym kwadracie i dzieli listwami wzdłuż przekątnej (od rogu do rogu) na cztery równe trójkąty (rysunek 4).

Z tych dwa naprzemianległe, wyrzuca się, zaś pozostałe dwa (rysunek 5) zgarnia, rozprowadza i dalej tłucze do wielkości orzecha włoskiego (około 25 *mm*). Należy zwrócić uwagę, aby robotnicy unikali tłuczenia prób do mialu. Powtarza się czynność mieszania w sposób wyżej opisany (rysunek 6) dzielenia przekątniami, wyrzucenia dwóch naprzemianległych trójkątów (rysunek 7) i przemieszania.

O ile są widoczne jeszcze większe kawałki, należy je rozbić do wielkości orzecha włoskiego. W ten sposób przygotowaną próbą można wypełniać puszki (rysunek 8).

Dla sortymentów drobniejszych wystarczy jednorazowe tłuczenie (ale mieszanie i dzielenie na trójkąty należy wykonać dwukrotnie). Grysiu i mialu nie trzeba tłuc — wystarczy dwukrotne przemieszanie i podzielenie w sposób opisany na trójkąty.

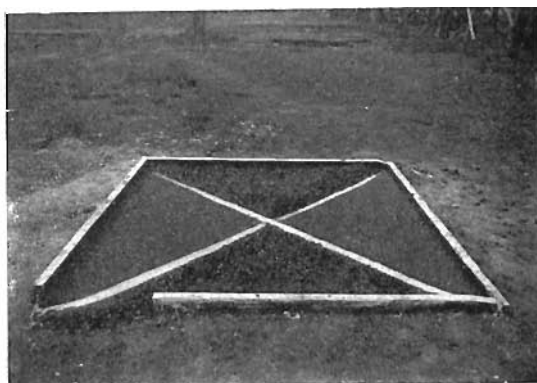
Zagęszczoną próbę, przeznaczoną do analizy, pobiera się do dwóch puszek równocześnie i to w następujący sposób:



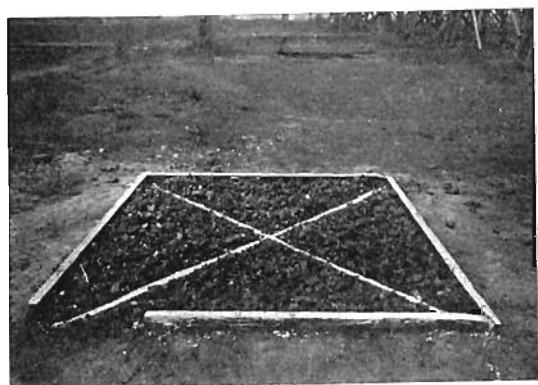
Rysunek 2.



Rysunek 3.



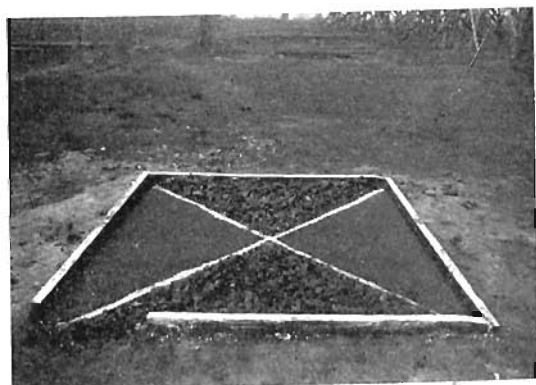
Rysunek 7.



Rysunek 4.



Rysunek 8.



Rysunek 5.



Rysunek 9.



Rysunek 6.



Rysunek 10.

Obie puszki stawia się obok siebie i napelnia się przygotowanym węglem za pomocą jednej lopaty równocześnie, opierając ją środkiem o stykające się ze sobą brzegi puszki i odpowiednio nachylając ją (rysunek 9).

Napelnione puszki zalutowuje się (rysunek 10) zaraz po napelnieniu i plombuje.

ZUSAMMENFASSUNG.

Über die rationelle Probenahme von Steinkohlen zur chemischen Analyse.

Nach kurzem Hinweis auf die Schwierigkeiten, die sich einer Probenahme von Steinkohlen bieten,

werden zwei Grundphasen, die hierbei in Betracht kommen, hervorgehoben: 1, die Ausscheidung der so genannten „grossen Probe“ (100 — 150 kg) und 2, deren Konzentration bis auf eine Portion von 5—10 kg, die so genannte „kleine Probe“. Bei der genauen Besprechung der beiden aufeinander folgenden Vorgänge werden die Methoden der Probenahme von Steinkohlen angegeben, welche bei der Analytischen Abteilung des Chemischen Forschungsinstitutes zu Warszawa in Gebrauch sind bei der Probenahme: a, vom Transportband in der Sortierhalle b, von Wagons, c, aus Bunkern, Halden und Magazinen, d, von Förderkohle e, von geologischen Proben.

Es werden die Einrichtungen die zur Konzentration der „grossen Probe“ nötig sind im einzelnen genau beschrieben.

Dział sprawozdawczy.

Documentation.

2. Technologia nieorganiczna.

Technologie des matières anorganiques.

JERZY PFANHAUSER.

Postępy fabrykacji nawozów sztucznych (fosforowych) w ostatnich pięciu latach.

Progrès de la fabrication d'engrais phosphorés au cours des dernières cinq années.

Summary.

Najbardziej znamienym faktem, jest niechywale rozszerzenie produkcji fosforytów afrykańskich (Marokko i Tunis), co musiało się odbić w pierwszym rzędzie na europejskich rynkach przemysłu superfosfatowego w sensie zwiększenia importu tańszych fosforytów afrykańskich, a zmniejszenia wwozu fosforytów amerykańskich i oceanicznych. Z drugiej strony należy zanotować konieczność wprowadzenia z tego względu pewnych zmian w technice fabrykacji, z powodu odmiennych własności i składu chemicznego fosforytów afrykańskich w porównaniu z amerykańskimi. Fosforyty amerykańskie, których import

Światowa produkcja fosforytów w różnych krajach w 1000 t.

	1913	1925	1926	1927	1928	1929
Europa	583	282	361	286	117	148
Amer. półn.	3196	3620	3368	3326	3541	—
Algier	461	815	857	847	851	853
Tunis	2170	2537	2723	3041	2711	2993
Marokko	—	692	883	1198	1337	1608
Egipt	104	107	232	279	177	—
Oceania	697	1015	1105	962	1001	—
Prod. świat.	7211	9068	9540	9942	9736	—

do Europy zmniejszył się prawie o 50%, w dużych ilościach znajdują obecnie zbyt w Australji.

Główne zużycie (80%) znajdują fosforyty w przemyśle superfosfatowym. Pozostałe 20% stosuje się w postaci delikatnej mączki do celów nawozowych (bez żadnej przeróbki), do fabrykacji nawozów wysokoprocentowych mieszanych (Nitrofoska), nawozów prażonych (Glühphosphate), do wyrobu stali systemem Thomasa, soli fosforowych i t. d.

Superfosfat.

Głównymi producentami światowymi są w dalszym ciągu Stany Zjednoczone i Francja. Do zanotowania jest znaczny rozwój produkcji superfosfatu w Portugalji, Hiszpanji, Holandji, Nowej Zelandji i Półn. Afryce (w krajach tych produkcja przed wojną była niewielka). Jedynie Niemcy nie potrafiły dotychczas nawet połowy przedwojennej produkcji osiągnąć. Jak widać z tablicy, produkcja dzisiejsza (14,3 milionów t) superfosfatu przekroczyła już znacznie przedwojenną (11,3 milj. t).

Wytwórczość superfosfatu w 1000 t.

	1913	1924	1925	1926	1927	1928
St. Zjedn.	3248	2949	3489	3446	3145	4072
Francja	1920	2304	2381	2430	2215	2350
Włochy	973	1340	1465	1585	1370	1047
Niemcy	1819	550	692	696	751	750
Hiszpanja	225	696	723	829	950	1160
Holandja	150	482	572	593	631	645
Japonja	580	593	674	786	918	772
Australja	275	517	832	737	748	731
N. Zelandja	—	108	140	200	240	190
Prod. świat.	11375	11790	13493	13873	14104	14834