

M. CUZIN demande que ce programme soit toutefois axé sur la proposition BOISCHOT.

Aucune objection n'étant soulevée, le Président passe au point 3 de l'ordre du jour:

Méthodes d'analyses

Il signale qu'après les travaux effectués en mai dernier par la Commission spécialisée, il reste à étudier la question du phosphore et de la chaux. Ce sera l'objet des réunions de l'après-midi et de demain.

Le Président passe alors aux questions diverses, point 4 de l'ordre du jour.

Le Secrétaire général signale que le Conseil de l'Europe veut étudier la question de la compression du prix des engrais dans les différents Pays d'Europe en vue d'en accroître la consommation.

Le Secrétaire général demande si le C. I. E. C. ne devrait pas demander à être organe consultatif du Conseil de l'Europe pour ces questions.

M. NIKOLIC ainsi que le Président approuverait une semblable démarche.

M. GERICKE pense qu'il serait intéressant de dresser le tableau de dépenses dans une entreprise agricole.

M. DAUJAT estime que l'O. E. C. E. possède tous les chiffres statistiques tant au sujet des produits agricoles que des engrais, ainsi que la valeur des uns et des autres, pour répondre utilement au Conseil de l'Europe.

M. ANGELINI suggère que Me NOILHAN adresse un questionnaire dans chaque pays pour établir un dossier qui pourra être communiqué au Conseil de l'Europe.

M. FERRARI déclare que les questions de prix ne doivent pas être examinées au sein du C. I. E. C.

M. BONDORFF confirme qu'il a en mains tous les renseignements voulus pour répondre utilement et complètement aux enquêtes du Conseil de l'Europe.

La séance est levée à midi dix.

Ière réunion de la Commission Internationale pour l'unification des méthodes d'analyse

27 mai 1955 — Paris

Etaient présents:

MM. WINDORF, JUNGERMANN, Allemagne — HOED, Belgique — BARBIER, CUZIN, GRENIER de RUERE, METIVIER, PIERRAIN, SCOUBE, France — NIKOLIC, Yougoslavie — FABRIS, FERRARI, Italie.

M. DAUJAT assurait la présidence et le secrétariat de la réunion.

La séance est ouverte à 15 heures.

Monsieur DAUJAT rappelle que l'assemblée générale du C. I. E. C. des 11 et 12 octobre 1954 ainsi que le Comité directeur dans sa réunion du 27 mai 1955 ont donné pour tâche à la Commission internationale présentement réunie de rechercher les diverses méthodes d'analyse sur lesquels les différents organismes officiels pourraient se mettre d'accord, en vue d'une unification des méthodes d'analyse des principaux engrais. En raison des transactions internationales notamment et d'une unification de terminologie, il serait souhaitable, en effet, que les mêmes méthodes soient pratiquées dans tous les pays.

La présente commission ne disposant que d'un après-midi pour cet examen d'une question fort vaste, M. DAUJAT propose que soient étudiées d'abord les méthodes d'analyse concernant les principes fertilisants les plus importants: N, P et K, remettant à plus tard l'examen des méthodes concernant Ca, Mg et S et enfin les oligo-éléments.

M. METIVIER déclare qu'en ce qui concerne les questions d'analyses chimiques, il considère n'être pas en mesure de donner un point de vue motivé et s'en remet à M. BARBIER de présenter pour l'Industrie des engrais phosphatés les observations nécessaires.

M. BARBIER propose que pour l'examen des diverses méthodes on adopte comme canevas le rapport sur l'unification des méthodes d'analyses, présenté par le Professeur FERRARI, et dont les annexes, très claires, donnent une énumération parfaitement cohérente.

M. CUZIN estime que c'est moins l'exactitude très poussée que la fidélité qui doivent être recherchées dans ces méthodes d'analyses commerciales internationales. La reproductibilité d'une méthode est fonction notamment des méthodes d'échantillonnage et de l'opérateur. M. CUZIN demande que dans

chaque méthode on fixe la précision que l'on peut normalement garantir.

M. WINDORF est d'accord pour que l'on énumère d'abord les méthodes susceptibles d'être retenues, que l'on fixe ensuite le choix de la commission et que l'on indique enfin la tolérance acceptable.

Dosage de l'Azote

Le Président entreprend l'examen du document annexe I du rapport de M. FERRARI: dosage de l'AZOTE. (Voir page 9)

1. **Azote Ammoniacal** — la Commission retient la méthode par titrage de l'ammoniaque libérée par distillation en présence d'hydrate de sodium, selon les modalités décrites au livre de M. SCHMITT page II (I).

M. PIERRAIN indique qu'il est satisfait de la méthode à l'hypochlorite de soude en comparant avec un étalon, cette méthode permet à un même opérateur d'effectuer 50 analyses par demi-journée. Le mode opératoire sera communiqué par lui et cette méthode sera soumise au contrôle dans les divers pays. (Voir page ??)

M. CUZIN pense que c'est là une méthode qui présente de l'intérêt au point de vue contrôle industriel, mais elle est de base chimique insuffisante.

2. **Azote Nitrique** — M. FERRARI propose la méthode au fer (méthode Ulsch).

MM. BARBIER, WINDORF et NIKOLIC préfèrent les méthodes habituelles par distillation et titrage de l'ammoniaque produit après réduction en présence d'alliage de Devarda ou d'alliage de Harnd.

La Commission se rallie à la méthode qui met en œuvre l'alliage Devarda. Les modalités sont décrites à la page 14 du livre de M. SCHMITT (I).

3. **Azote Organique** — en l'absence ou en présence de nitrate. Dans les deux cas la Commission adopte le procédé JODLBAUER pour l'azote total.

M. CUZIN préconise l'emploi comme catalyseur du sélénium exempt d'azote au commencement de l'attaque, ou d'eau oxygénée par la suite; un texte sera d'ailleurs circularisé que M. CUZIN fera parvenir à M. DAUJAT.

Engrais	Equivalent chaux pour 100 kg d'engrais
Cyanamide	60
Phosphate Thomase	50
Nitrate de chaux ammoniacal	15
Nitrate de chaux	30

Tandis que Buchner (8) arrive aux estimations suivantes, sur la base de ses nombreuses recherches concernant l'action neutralisante de la chaux totale des engrais:

Engrais	Valeur en chaux
Carbonate de chaux	100
Phosphate Thomas	100
Phosphate thermique (Glühphosphate)	90

Nos propres essais, très nombreux, nous ont conduit à l'estimation suivante de la valeur neutralisante de la chaux des engrais les plus importants:

Coefficients d'efficacité de la Chaux contenue dans les engrais exprimés en 100 kg. de carbonate de chaux (1)

100 kg d'engrais	100 kg carbonate de chaux
carbonate de chaux (45 % CaO)	1
chaux vive (80 % CaO)	1,8
cyanamide de chaux (60 % CaO)	1,4
Phosphate Thomas (45 % CaO)	1
Phosphates thermiques (40 % CaO)	0,9
Nitrate de chaux (26 % CaO)	0,6
Nitrate de chaux ammoniacal (20 % CaO)	0,4

(1) carbonate de chaux ou calcaire broyé à 80 % de Ca_3Ca .

Méthodes d'analyse amendements calcaires

(Série Ca no 2)

But:

Détermination de la fraction neutralisation (z. b. b) des engrais et amendements calcaires ou calco-magnésiens exprimée sous forme d'oxyde de calcium.

Principe:

On fait bouillir une suspension aqueuse du produit à analyser avec une quantité d'acide déterminée plus que suffisante, et on titré. L'excès d'acide restant après réaction doit être titré à moyen d'une base de titre connu.

Reactif:

Acide chlorhydrique 0,800 N
Base 0,100 N
Indicateur 1 g. de bleu broomthymol écrasé avec 16 ml de base 0,100 N et on dilue dans l'eau jusqu'à 1 l.

Produit à analyser:

Iron 20 g. de l'échantillon finement broyés et minutieusement mélangés.

Il ressort de l'ensemble des données ci-dessus, que:

- 100 kilos de cyanamide ont sur le sol une plus grande action neutralisante que 100 kilos de carbonate de chaux;
- 100 kg. de Phosphate Thomas ont la même action alcalinisante que 100 kg. de carbonate de chaux;
- 100 kg. de nitrate de chaux ammoniacal et 100 kg. de nitrate de chaux ont une valeur alcalinisante moindre que 100 kg. de carbonate de chaux.

Conclusions

Il convient donc de tenir compte des quantités importantes de chaux apportés par le Phosphate Thomas, en plus des amendements calcaires traditionnels — chaux et calcaire broyé — dont l'emploi périodique est évidemment indispensable.

Bibliographie

- (1) GERICKE, S.: Phosphorsäure- und Kalkdüngung auf sauren Böden, 3. Auflage 1953 — Tellus-Verlag, Essen.
- (2) NOLTE, O.: Die Kalkdüngung — Berlin 1932.
- (3) PIERRE, W. H.: Soil Science 79, 137, 1930.
- (4) GARNER, T.: Journ. ministry Agricult. 39, 674, 1932.
- (5) WILLIAMS, R.: Journ. agr. Science 16, 196, 1926.
- (6) KICK, H.: Untersuchungen über die Wirkung von Mineral- und Volldünger auf Reaktionsverhältnisse und Kalkzustand von Ackerböden — Zeitschr. f. Pflanzenern., Düng. u. Bodenkunde 50 (95), 297, 1950.
- (7) SVANBERG, O.: Innehallet av växtnäring i gösel och kalkningsmedel — Vaxt-Nährings Nytt 7, H. 5, Nr. 1, 1951.
- (8) BUCHNER, A.: 25 Jahre Nitrophoska — Landw. Versuchsstation Limburgerhof, 1952.

Détermination:

On met 1,000 g. du produit à analyser avec 50 ml d'eau dans une fiole jaugée de 200 ml. On ajoute à la pipette 50 ml. d'acide chlorhydrique et on met à bouillir doucement sur une petite flamme pendant une heure en utilisant un réfrigérant à reflux.

Refroidir, remplir jusqu'au 200 ml., mélanger et filtrer. Du filtrat on mesure 50 ml. et on titre dans cette quantité l'excès d'acide avec une base jusqu'au moment où la couleur bleue persiste pendant une minute.

Calcul:

On calcule la fraction neutralisation en pour cent d'oxyde de calcium (p) suivant la formule:

$$p = 1,1216 (100 - V_1) \%$$

dans cette formule V_1 représente le nombre de ml. de base 0,100 N, utilisé pour le titrage.

Remarque:

Pour les chaux siliceuses potassiques et quelques autres amendements calcaires pour lesquels on ne peut pas obtenir un point de changement de couleur bien défini, on doit titrer à l'aide d'un pH-mètre jusqu'au pH 6,8.