

1000 cm<sup>3</sup> aufgefüllt). 2. Xanthydrolösung (10 g in 100 cm<sup>3</sup> Methylalkohol).

Gang der Analyse: 5 g Kalkstickstoff werden in einer 1 Liter fassenden Stohmannsche Flasche mit ca. 400 cm<sup>3</sup> Wasser und 15 cm<sup>3</sup> Eisessig versetzt und 1 Stunde im Rotierapparat geschüttelt. Nach dem Filtrieren in einen 1-Liter-Messkolben und kurzem Nachwaschen des Rückstandes mit kaltem Wasser wird dieser in die Stohmannsche Flasche zurückgespült, nochmals mit 400 cm<sup>3</sup> Wasser + 5 cm<sup>3</sup> Eisessig versetzt und 1 Stunde im Rotierapparat geschüttelt. Darauf wird durch das gleiche Filter in denselben Messkolben filtriert, mit kaltem Wasser nachgewaschen und zur Marke aufgefüllt.

In 50 cm<sup>3</sup> des essigsäuren Auszuges (= 0,25 g Substanz) wird in einem 250-cm<sup>3</sup>-Becherglas das Cyanamid mit Silberacetat ausgefällt, in ein 400-cm<sup>3</sup>-Becherglas filtriert und ausgewaschen. Das überschüssige Silber wird mit Salzsäure ausgefällt, das Filtrat vorsichtig mit Ammoniak neutralisiert und auf etwa 20 cm<sup>3</sup> abgedampft. Nach Zusatz von 40–50 cm<sup>3</sup> Eisessig wird mit 5 cm<sup>3</sup> Xanthydrolösung der Harnstoff als Xanthydrolharnstoff ausgefällt. Nach 2–3stündigem Stehen filtriert man durch einen Gooch-Tiegel, wäscht mit etwa 25 cm<sup>3</sup> abs. Alkohol nach, trocknet bei 100° C und wägt als Xanthydrolharnstoff. Das Molekulargewicht des Dixanthylharnstoffs beträgt 420,18, das des Harnstoffs 60,05; daher entsprechen 7 Gewichtsteile Dixanthylharnstoff 1 Gewichtsteil Harnstoff. Umrechnungsfaktor: 0,143 (Näheres siehe bei Gericke, S. «Analytische Chemie der Düngemittel», Stuttgart 1949, 143).

6. Bestimmung des Gesamt-Stickstoffs in Humus-Mineral-Mischdüngern.

Methode von Jodlbauer.

Reagenzien: 1. Phenolschwefelsäure (in 1 l Schwefelsäure, s = 1,84, 40 g Phenol). 2. Zinkpulver, stickstofffrei. 3. Quecksilber. 4. Kaliumsulfid (40 g K<sub>2</sub>S auf 1 l Wasser).

Gang der Analyse: In einem Kjeldahl-Kolben werden zu 1 g fein zerriebener Substanz 25 cm<sup>3</sup> Phenolschwefelsäure unter leichtem Hin- und Herbewegen des Kolbens gebracht. Man kühlt den Kolben sorgfältig ab und setzt vorsichtig und unter stetem Abkühlen nach und nach 2 bis 3 g Zinkpulver und 1 g Quecksilber hinzu und schliesst nach Kjeldahl auf. Nach 30 bis 45 Minuten sind sämtliche Stickstoffverbindungen in Ammoniak umgesetzt.

## B. Die Untersuchung der Kali-Düngemittel

### I. Auflösen der Kalisalze und Vorbereiten zur Fällung des Kalis

1. Reine Kalisalze.

Reagenzien: 1. Bariumchloridlösung, 10 %ig. 2. Salzsäure, 10 %ig.

Gang der Analyse: 10 g der analysenfeinen Probe werden im 500-cm<sup>3</sup>-Kochkolben mit 300 bis 400 cm<sup>3</sup> Wasser unter Zusatz von 30 cm<sup>3</sup> 10 %iger Salzsäure 15 bis 20 Minuten lang gekocht. In der stets siedenden Lösung erfolgt die Ausfällung der Sulfate durch langsame Zugabe von 10 %iger Bariumchloridlösung. Die Menge dieser Lösung richtet sich nach dem Gehalt der verschiedenen Kalisalze an Sulfaten. Es sind bei Kalirohsalzen 10 bis 40 cm<sup>3</sup>, bei 40er-Kalidüngsalz 10 bis 20 cm<sup>3</sup> und bei schwefelsaurem Kalimagnesium (Patentkali) grössere Mengen erforderlich.

Nach dem Absitzen des Niederschlags prüft man durch einige Tropfen Bariumchloridlösung, ob alle Sulfate ausgefällt sind. Auch ist es zweckmässig, sodann durch Zusatz eines Tropfens verdünnter Schwefelsäure festzustellen, ob ein Ueberschuss von Bariumchlorid in der Lösung vorhanden ist. Dieser Ueberschuss soll nur gering sein. Sind noch nicht alle Sulfate gefällt, dann ist weiterhin Bariumchlorid zuzusetzen und die Flüssigkeit nochmals aufzukochen. Ist die Fällung restlos ausgeführt, wird abgekühlt, aufgefüllt, sehr gut durchgeschüttelt und filtriert. Sodann wird ein aliquoter Teil des Filtrates mit Ueberchlorsäure gefällt.

2. Kali-Mischdüngemittel.

Reagenzien: 1. Bariumhydroxyd, reinst, fest und gesättigte Lösung. 2. Ammoniumcarbonat, 10 %ige Lösung. 3. Salzsäure, s = 1,19. 4. Bariumchloridlösung, 10 %ig.

Gang der Analyse: 10 g Mischdünger werden im 500-cm<sup>3</sup>-Kolben mit 300 cm<sup>3</sup> Wasser unter Zusatz von 10 cm<sup>3</sup> Salzsäure (konz.) 15 Minuten lang gekocht. Nach dem Erkalten wird zur Marke aufgefüllt und filtriert. 200 cm<sup>3</sup> Filtrat werden in einen 400-cm<sup>3</sup>-Kolben in der Siedehitze mit Bariumchloridlösung gefällt. Man fügt Barytwasser bis zur alkalischen Reaktion (Indikator: Phenolphthalein) hinzu, kühlt ab, füllt auf 400 cm<sup>3</sup> auf, schüttelt um und fällt 200 cm<sup>3</sup> des Filtrats kochend mit Ammoniumcarbonat, füllt abermals auf 400 cm<sup>3</sup> auf und filtriert. 200 cm<sup>3</sup> (= 1 g Substanz) werden in einer Platinschale eingedampft, bei 130 bis 150° C getrocknet und bis zur völligen Verflüchtigung der Ammoniumsalze schwach gegläht. Man nimmt mit heissem Wasser auf, filtriert, wäscht aus fällt das Kali nach der Methode mit Ueberchlorsäure.

### II. Die Fällung des Kaliums mit Ueberchlorsäure

Ueberchlorsäuremethode nach W. Wense.

Reagenzien: 1. Ueberchlorsäure, s = 1,125 = 20 % HClO<sub>4</sub>, sie muss schwefelsäurefrei sein. Weder mit Bariumchlorid, noch durch Zusatz von Alkohol darf eine Trübung entstehen. 2. Alkohol, 96 gew.-%ig. 3. Alkohol + 0,2 % Ueberchlorsäure (10 cm<sup>3</sup> HClO<sub>4</sub> zu 1 Liter Alkohol).

Gang der Analyse: Von der schwefelsäurefreien Lösung des Kalidüngemittels wird ein aliquoter Teil (z. B. 25 cm<sup>3</sup> = 0,5 g Substanz der nach B I, 2 erhaltenen Lösung, aber nie mehr als 0,5 g der Ausgangssubstanz nehmen) in einer Glas- oder blau glasierten Porzellanschale von etwa 10 cm Durchmesser nach Zusatz von 10 cm<sup>3</sup> Ueberchlorsäure auf dem Wasserbad eingedampft. Das Eindampfen wird bis zum Verschwinden der Salzsäure und bis zum Auftreten weisser Nebel von Ueberchlorsäure, jedoch nicht bis zur Trockene, vorgenommen. Gegen Ende des Eindampfens verreibt man den Rückstand mittels eines abgeplatteten Glaspistills mit etwa 5 cm<sup>3</sup> Ueberchlorsäure und dampft nochmals bis zum Auftreten weisser Nebel ein. Der Rückstand darf aber nicht trocken sein.

Der Abdampfrückstand wird sofort nach dem Erkalten mit 15 cm<sup>3</sup> Alkohol übergossen und mit einem Glaspistill sehr fein zerrieben. Das sehr sorgfältige Zerreiben ist wesentlich. Dabei bleibt nur Kaliumperchlorat ungelöst. Nach kurzem Absitzenlassen wird filtriert. Längeres Stehen verursacht wegen Wasseranziehung zu niedrige Ergebnisse. Man giesst die über dem Niederschlag stehende Flüssigkeit durch einen Goochtiegel oder Glasfiltertiegel, zerreibt den Rückstand noch zweimal mit überchlorsäurehaltigem Alkohol, giesst durch den Tiegel ab, bringt nun den Niederschlag in den Tiegel und wäscht ihn mit überchlorsäurehaltigem Alkohol aus. Nach dem Absaugen wäscht man das Kaliumperchlorat mit reinem 96 %igem Alkohol (etwa 4 bis 5 cm<sup>3</sup>) nach. Das ganze Filtrat soll nicht mehr als 75 cm<sup>3</sup> betragen. Der Niederschlag wird 30 Minuten bei 130° C getrocknet und nach dem Abkühlen im Exsikkator gewogen.

## C. Die Untersuchung der Phosphorsäuredüngemittel

### I. Auflösen der Phosphate und Vorbereiten zur Fällung der Phosphorsäure

1. Gesamt-Phosphorsäure.

a) In Abwesenheit von organischer Substanz.

Reagenzien: konz. Schwefelsäure, s = 1,84.

Gang der Analyse: 5 g Substanz werden in einen 500-cm<sup>3</sup>-Kochkolben eingewogen, mit etwa 15 cm<sup>3</sup> Wasser durchfeuchtet und mit 30 cm<sup>3</sup> Schwefelsäure unter öfterem Umschwenken etwa 20 Minuten bis zum völligen Aufschluss erhitzt.

### Chaux

Dr. F. H. ZIEMER, Directeur de la Düngerkalk-Hauptgemeinschaft, Kalkdienst, Kaiser Wilhelmring 26, Köln (Deutschland)  
Ing. agr. THIERY, conseil du Comité d'Etudes et de Liaison des Amendements Calcaires, 41, avenue Friedland, Paris 8e (France)

### Composés

Ing. agr. DE LA ROCHEFOUCAULD, suppléant: Ing. agr. DUMAS, Service de Propagande de la Chambre Syndicale Nationale des Engrais Composés, 1, avenue F. D. Roosevelt, Paris 8e (France)

Ing. agr. A. DAUJAT, Secrétaire général de l'Anpea, 3, rue de Penthievre, Paris 8e (France)

### Pays:

#### Allemagne / Autriche

Prof. Dr L. SCHMITT, Président du Verband Deutscher Landwirtschaftlicher Untersuchungs- und Forschungsanstalten, Rheinstrasse 91, Darmstadt  
Dr. Fr. ZÜRN, Studiengesellschaft zur Förderung der Grünlandwirtschaft, 13a Steinach b. Straubing (Niederbayern)

#### Espagne

Ing. agr. Eladio MORALES Y FRAILE, Chef du Service Agronomique de l'Ambassade d'Espagne, Via Lima 23, Roma (Italia)

#### France

Ing. agr. H. RICHARD, Chef du Service Agronomique de la Compagnie de Saint Gobain, Chauny & Cirey, 16, avenue de Matignon, Paris 8e

#### Italie

Dr OELKER, Bureau technique agricole de la Société Montecatini, Via F. Turati 18, Milano

Prof. Dr G. HAUSMANN, Directeur de la Stazione Sperimentale di Praticoltura, Lodi (Milano)

#### Suède

Ing. agr. Arne HANSSON, Directeur de la GKS, Gödsel Och Kalkindustriernas, Samarbetsdelegation, Kungsgatan 32, 6 Tr. Stockholm

#### Suisse

Dr Leo GISIGER, Directeur de la Station Fédérale de Chimie Agricole, Liebold-Berne

#### Yougoslavie

Prof. Dr Stevan NIKOLIC, Faculté Agronomique, Zemum-Belgrade

Secrétaire général du C.I.E.C.: Prof. Dr Franco ANGELINI

### C. I. E. C.

#### Liste des membres de la Commission Permanente

*pour l'harmonisation et l'unification de la Législation sur les Engrais*

Président: Me Henri NOILHAN, 5, rue Huysmans, Paris 7e (France)

#### Groupements:

##### Azote

Ing. agr. GROS, Directeur des Services Agricoles du Comptoir Français de l'Azote, 58–60, avenue Kléber, Paris 16e (France)

Dr J. J. LEHR, Directeur du Plant Nutrition Research Laboratory, Chilean Nitrate Agricultural Service, Diedenweg 20, Wageningen (Hollande)

##### Phosphore

Ing. agr. CARPENTIER, Chef du Service Agronomique de la International Superphosphate Manufacturers' Association, Comité Agronomique, 1, avenue Franklin D. Roosevelt, Paris 8e (France)

Ing. agr. DE SAINT-CHAMANT, Chef du Laboratoire de Recherche du Comptoir des Phosphates de l'Afrique du Nord, 27, rue du Pilier, Aubervilliers/Seine (France)

Prof. J. CUZIN, Collaborateur Scientifique de la Compagnie Nord-africaine de l'Hyperphosphate Reno (privé) 97, rue du Bac, Paris 7e (France)

##### Scories

Prof. G. L. RAGONDET, Ing. agr., Directeur des Services Agronomiques du Sybesco, 47, rue Monteyer, Bruxelles

##### Potasse

Ing. agr. AUDIDIER et Ing. agr. A. SCOUBE de la Société Commerciale de la Potasse d'Alsace, 11, avenue Friedland, Paris 8e (France)

##### Chaux

Ing. agr. THIERY, Conseil du Comité d'Etudes et de Liaison des Amendements Calcaires, 41, avenue Friedland, Paris 8e (France)

##### Composés

M. Alec DE LA ROCHEFOUCAULD, suppléant: Ing. agr. DUMAS, Service de propagande de la Chambre Syndicale Nationale des Engrais Composés, 1, avenue F. D. Roosevelt, Paris 8e (France)

Ing. agr. A. DAUJAT, Secrétaire général de l'Anpea, 3, rue de Penthievre, Paris 8e (France)

### Pays:

#### Allemagne

Prof. Dr L. SCHMITT, Président du Verband Deutscher Landwirtschaftlicher Untersuchungs- und Forschungsanstalten, Rheinstrasse 91, Darmstadt

Dr Franz HERREN, Directeur Ministériel au Bundesministerium für Ernährung, Landwirtschaft und Forsten, suppléant: Dr Franz-Josef SCHMITZ, Ing. agr., rapporteur sur les Engrais au Bundesministerium, Bonn

#### Angleterre

Prof. Dr T. WALLACE, Directeur de la Research Station of the Bristol University, Long Ashton-Bristol (pour la sous-commission des oligo-éléments)

#### Autriche

Dr Friedrich KIRCHMEYER, Directeur du Service Agronomique des Oesterreichische Stickstoffwerke Aktiengesellschaft, St. Peter 224, Linz (Donau)

#### Danemark

Prof. Dr. K. A. BONDORFF, Statens Planteavlslaboratorium, Linby, délégué par la Aktieselskabet Dansk Svovlisyre Superphosphatfabrik, Amaliegade 15, Kobenhavn

#### Espagne

Ing. agr. E. MORALES Y FRAILE, Chef du Service Agronomique de l'Ambassade d'Espagne, Via Lima 23, Roma (Italia)

#### France

MILL, Inspecteur Divisionnaire de la Repression des Fraudes, détaché auprès de l'A.N.P.E.A., 3, rue de Penthievre, Paris 8e  
Ing. agr. J. PIERRAIN, Chef du Service Technique de la Société Industrielle et Financière de Lens (Finalens) à Douvrin (Pas de Calais)

#### Italie

Prof. Filippo Scarponi, c/o Soc. Montecatini, Service Technique Agricole, Via F. Turati 18, Milano.

Dr Mario CELENTANI, Chef du Bureau Technique Agricole de la Société Terni, Via Due Macelli 66, Roma

#### Suède

Dir. Biarne COLBIÖRNSÉN, c/o A/B Förenade Superfosfatfabriker Hälsingborg, suppléant: Civil Ing. B. EKHOLM, c/o Gäddvikens Superfosfatfabriks A/B, Stockholm Sö. délégués par la GKS Gödsel och Kalkindustriernas, Samarbetsdelegation, Kungsgatan 32, 6 Tr. Stockholm

Secrétaire général du C.I.E.C.: Prof. Dr Franco ANGELINI