

III^e Congrès Mondial des Fertilisants

(Heidelberg, 9–12 septembre 1957)

Organisé par le Centre International des Engrais Chimiques

CIEC et la CITA

Confédération Internationale des Techniciens
de l'Agriculture

Programme

Lundi 9 septembre 1957

10 heures Château d'Heidelberg, salon royal
Cérémonie d'ouverture du Congrès

1. Musique de l'époque du Prince électeur Ottheinrich*):
Motets vénitiens de Giovanni Gabrieli**)
Danses françaises, auteur inconnu
2. Message de bienvenue du Président du Congrès, Prof. Dr
L. SCHMITT, Darmstadt
3. Allocution du président de la CITA et du CIEC, Ministre
Dr E. FEISST, Berne
4. Allocution du maire d'Heidelberg, Dr NEINHAUS
5. Allocution du Ministre de l'Agriculture du Pays de Bade-
Wurtemberg, M. LEIBFRIED, Stuttgart
6. Discours inaugural de M. le Ministre fédéral, Dr h. c. LÜBKE,
Bonn, assumant le patronage d'honneur du Congrès
7. Chant allemand «Herzliches Bild» (1540 environ) par
Ludwig Senfl**)
8. Rapport du Prof. Dr h. c. VIRTANEN, prix Nobel, Hel-
sinki: «L'emploi des fertilisants du point de vue des recher-
ches sur l'alimentation moderne»
9. Ouverture d'Alceste (1674), de Jean-Baptiste Lully**)

Fin de la cérémonie vers 12 h. 30.

(Messieurs: tenue foncée)

16 heures Stadthalle

Première séance de travail:

Les fertilisants et l'exploitation agricole

Président: Prof. R. BRACONNIER, Paris

Vice-Présidents: Prof. Dr NIKOLIC, Zemum (Yougoslavie),
Prof. VAN DER VAEREN, Bruxelles (Belgique)

1. Prof. Dr SCHUFFELEN, Wageningen (Hollande):
«Les engrais minéraux, moyens indispensables pour trans-
former des 'sols naturels' en 'sols cultivés'
Discussion
2. M. le Directeur Dr BARBIER, Versailles (France):
«Les fertilisants minéraux et la teneur en humus du sol»
Discussion

Fin des débats vers 18 h. 30

Mardi 10 septembre 1957

9 h. 30 Stadthalle

Deuxième séance de travail:

Les fertilisants et l'exploitation agricole (suite)

Quecksilber hinzu und schliesst nach Kjeldahl auf. Nach 30 bis 45 Minuten sind sämtliche Stickstoffverbindungen in Ammoniak umgesetzt.

2. Im Kalkstickstoff (gewöhnlicher CaCN_2)

Originalmethode von Kjeldahl.

Reagenzien: 1. Schwefelsäure, $s = 1,84$. 2. Quecksilber.
3. Kaliumsulfid (40 g K_2S auf 1 l Wasser). 4. Kupfer, metall.
(Pulver oder Späne) oder Kupfersulfat. 5. Natronlauge, stickstofffrei, $s = 1,30$.

Gang der Analyse: In einem 750 cm³ fassenden Kjeldahl-Kolben wird 1 g Substanz eingewogen, sodann ein Tropfen Quecksilber (1 g) oder etwas Kupfer in Form von Spänen oder Pulver oder Kupfersulfat hinzugefügt und alsdann mit 20 bis 30 cm³ konzentrierter Schwefelsäure ($s = 1,84$) vorsichtig übergossen. Den Kolbeninhalt erhitzt man anfangs mit kleiner, später mit grösserer Flamme, bis die Flüssigkeit farblos, bei Zusatz von Kupfer hellgrün, geworden ist. Es empfiehlt sich, nach dem Klarwerden noch etwa 30 Minuten weiter zu erhitzen.

Nach dem vollständigen Erkalten des Kolbens werden der Flüssigkeit 250 cm³ destilliertes Wasser nach und nach zugeetzt. Die sich hierbei erwärmende Lösung wird abgekühlt und — sofern der Aufschlusskolben mit Inhalt nicht direkt zur Destillation benutzt wird — quantitativ in den Destillationskolben übergeführt. Um beim Destillieren das Stossen zu vermeiden, gibt man etwas geraspeltes Zink oder Graphit (stickstofffrei) hinzu. Alsdann werden rasch 90 cm³ Natronlauge und zur Ausfällung des Quecksilbers, sofern solches beim Aufschluss verwendet wurde, 25 cm³ einer wässrigen Lösung von Kaliumsulfid hinzugesetzt. Der Kolben wird nun möglichst schnell mit dem Destillierapparat verbunden und das Ammoniak vollständig abdestilliert. Man hat in der Regel 30 bis 40 Minuten — vom beginnenden Kochen gerechnet — zu destillieren.

3. Im salpeterhaltigen Kalkstickstoff.

Methode mit Zinnchlorür.

Reagenzien: 1. Zinnchlorür (120 g Zinnchlorür, pr. a. krist. und 400 cm³ Salzsäure, $s = 1,19$, werden zum Liter gelöst. Die Lösung muss vollkommen klar sein und ist zur Erhaltung ihrer Reduktionsfähigkeit verschlossen aufzubewahren). 2. Eisenpulver, reduziert, reinst. 3. Kaliumsulfat, fein gepulvert, reinst. 4. Schwefelsäure, $s = 1,84$. 5. Natronlauge, $s = 1,34$, reinst.
Gang der Analyse: Zu 1 g Perl-Kalkstickstoff + 0,5 g Eisenpulver gibt man 50 cm³ Zinnchlorürlösung, schwenkt um und lässt eine halbe Stunde stehen. Während dieser Zeit wird nach 10 und 20 Minuten wieder umgeschwenkt. Dann fügt man 10 g Kaliumsulfat und 25 cm³ Schwefelsäure hinzu und schliesst nach dem Wegkochen des Wassers noch eine halbe Stunde auf. Dabei muss die Flüssigkeit in gutem Sieden gehalten werden; grössere Mengen von Schwefelsäure sollen nicht abdestillieren. Nach Abkühlen und Zugabe von 300 cm³ Wasser wird wie üblich destilliert.

4. Besondere Bestimmungen im Kalkstickstoff.

a) Bestimmung des Cyanamidstickstoffs.

Reagenzien: 1. Eisessig. 2. Silberacetatlösung, 10 %ig, ammoniakalisch (100 g Silberacetat werden in 400 cm³ 10 %igem Ammoniak gelöst und mit destilliertem Wasser auf 1 Liter aufgefüllt).

Gang der Analyse: 5 g Kalkstickstoff werden in einer 1 Liter fassenden Stohmannschen Flasche mit etwa 400 cm³ Wasser und 15 cm³ Eisessig versetzt und 1 Stunde im Rotierapparat geschüttelt. Nach dem Abfiltrieren in einen 1-Liter-Messkolben und kurzem Nachwaschen des Rückstandes mit kaltem Wasser wird dieser in die Stohmann-Flasche zurückgespült, nochmals mit 400 cm³ Wasser + 5 cm³ 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. Der Auszug muss sofort weiterverarbeitet werden.

50 cm³ des Filtrats (= 0,25 g Substanz) werden in einem 250-cm³-Becherglas schwach ammoniakalisch gemacht und mit

15 cm³ heisser 10 %iger ammoniakalischer Silberacetatlösung versetzt. Der gelbe Niederschlag von Silbercyanamid wird auf einem Weissbandfilter gesammelt, die Flüssigkeit in ein 400-cm³-Becherglas filtriert. (Filtrat dient zur Dicyandiamid-N-Bestimmung!) Nachdem der Niederschlag mit kaltem Wasser völlig ammoniakfrei ausgewaschen ist, wird er mit Filter, ohne vorher zu trocknen, nach Kjeldahl wie bei Gesamt-N aufgeschlossen.

b) Bestimmung des Dicyandiamid-Stickstoffs.

Methode von H. Kappen.

Reagenzien: 1. Alkohol, 95 %ig. 2. n/10 Silberacetatlösung.
3. Kalilauge, 10 %ig.

Gang der Analyse: 10 g Kalkstickstoff werden in einem 500-cm³-Kolben mit 250 cm³ 95 %igem Alkohol 1 Stunde lang geschüttelt. Vom Filtrat werden 100 cm³ (= 4 g Substanz) auf dem Wasserbad zur Trockene verdampft. Der Rückstand wird mit Wasser aufgenommen und zur Abscheidung von etwa vorhandenem Cyanamid mit 10 cm³ Silberacetatlösung versetzt. Vom Cyansilber wird abfiltriert, zum Filtrat werden 10 cm³ 10 %ige Kalilauge gegeben, worauf sich das Dicyandiamid Silber ausscheidet, das sofort abfiltriert wird. Niederschlag und (stickstofffreies) Filter werden sodann nach Kjeldahl aufgeschlossen.

c) Bestimmung von Salpeter-Stickstoff im Kalkstickstoff.

Methode von M. Z. Busch.

Reagenzien: 1. Nitronacetat (10 g Nitron, pr. a. Merck in 100 cm³ 5 %iger Essigsäure). 2. Schwefelsäure 1 : 3.

Gang der Analyse: In einem 250-cm³-Messkolben werden 2,5 g Perl-Kalkstickstoff mit Wasser einige Male durchgeschüttelt, aufgefüllt und filtriert. Von dem Filtrat werden 50 cm³ mit 10 bis 15 Tropfen Schwefelsäure (1 : 3) und 50 cm³ Wasser zum Sieden erhitzt und mit 10 bis 12 cm³ Nitronacetat in einem Guss gefällt. Es ist vor dem Zusatz des Reagens darauf zu achten, dass kein Kalk ausgefallen ist, andernfalls ist der Kalk mit einigen weiteren Tropfen Schwefelsäure in Lösung zu bringen. Nach zweistündigem Stehen unter Eiskühlung filtriert man durch einen gewogenen Gooch-Tiegel mit Filterplättchen, spült mit dem Filtrat die Reste des Niederschlages in den Tiegel, saugt gut ab und wäscht mit 10 bis 12 cm³ Eiswasser nach. Der Tiegel mit Niederschlag wird bei 110° C bis zur Gewichtskonstanz getrocknet und als Nitronnitrat ($\text{C}_{20}\text{H}_{10}\text{N}_4\text{HNO}_3$) gewogen.

Umrechnungsfaktor für Nitronnitrat auf $\text{NO}_3\text{-N} = 0,03734$, auf $\text{HNO}_3 = 0,1680$.

5. Bestimmung des Stickstoffs im Harnstoff.

a) Gesamt-N nach Kjeldahl.

Reagenzien: 1. Schwefelsäure, $s = 1,84$. 2. Natronlauge, 35 %ig.

Gang der Analyse: 5 g Harnstoff werden im Kjeldahl-Kolben mit 20 cm³ Wasser durchfeuchtet und sodann mit 20 cm³ Schwefelsäure ($s = 1,84$) übergossen. Anfangs wird schwach, nach Aufhören der Kohlensäureentwicklung sodann stärker erhitzt. Das Erhitzen wird solange fortgesetzt, bis die Säure, von einem aus Gips bestehenden Bodensatz abgesehen, wieder klar wird. Nachdem die Flüssigkeit hell geworden ist und sich reichlich Schwefelsäuredämpfe bilden, wird die Flamme gelöscht. Nach dem Erkalten wird die Lösung samt Niederschlag in einen 500-cm³-Messkolben übergespült, der nach dem Verdünnen und Erkalten der Lösung zur Marke aufgefüllt wird.

Von der Lösung werden 50 cm³ im Destillationskolben mit 250 cm³ destilliertem Wasser verdünnt, worauf man 50 cm³ Natronlauge unter Vermeidung von Stickstoffverlusten zugeibt. Vorgelegt werden 40 cm³ n/2 Schwefelsäure. Destilliert wird wie bei den Ammonsalzen.

b) Harnstoff-N z. B. im Kalkstickstoff.

Methode mit Xanthidrol.

Reagenzien: 1. Silberacetatlösung (100 g Silberacetat in 400 cm³ 10 %igem Ammoniak gelöst und mit Wasser auf

*) Aux environs de 1550, apogée du célèbre orchestre de la Cour de Heidelberg.

***) Exécuteurs: des membres de l'orchestre municipal de Heidelberg, sous la direction de M. Dr HERMELINK, directeur de l'orchestre de l'Université.