

filtre. Dans un ballon de 400 cm³ on précipite 200 cm³ du filtrat à la température d'ébullition avec une solution de chlorure de baryum. On ajoute de l'eau de baryte jusqu'à ce que la réaction devienne alcaline (indicateur: phénolphthaleïne); on refroidit, on complète à 400 cm³, on agite et on précipite 200 cm³ du filtrat en ébullition avec du carbonate d'ammonium. On complète une nouvelle fois jusqu'à 400 cm³ et on filtre. On fait évaporer dans une capsule en platine 200 cm³ (= 1 g. de substance), on sèche entre 130 et 150° C et on calcine au rouge sombre jusqu'à ce que tous les sels d'ammonium se soient volatilisés. On reprend à l'eau chaude, on filtre on lave la capsule et on précipite la potasse par la méthode de l'acide perchlorique.

II. La précipitation de la potasse à l'acide perchlorique

Méthode à l'acide perchlorique de W. Wense.

Réactifs: 1. Acide perchlorique, $d = 1,125 = 20\% \text{ HClO}_4$, sans traces d'acide sulfurique. En ajoutant du chlorure de baryum ou de l'alcool, l'acide ne doit pas se troubler. 2. Alcool à 96 % en poids. 3. Alcool + 0,2 % d'acide perchlorique (10 cm³ HClO₄ + 1 litre d'alcool).

Marche de l'analyse: on verse une partie aliquote de la solution dans laquelle se trouve l'engrais potassique et qui ne contient pas d'acide sulfurique par exemple 25 cm³ (= 0,5 g. de substance de la solution obtenue comme il a été indiqué en B 1, 2, — jamais plus de 0,5 g. de substance au départ), dans une capsule en verre ou en porcelaine à fond bleu d'environ 10 cm de diamètre. On ajoute 10 cm³ d'acide perchlorique et on évapore au bain-marie. L'évaporation est poursuivie jusqu'à disparition de l'acide chlorhydrique et jusqu'à l'apparition des vapeurs blanches de l'acide perchlorique, mais jamais jusqu'à dessiccation. Vers la fin de l'évaporation on étend le résidu de 5 cm³ d'acide perchlorique tout en écrasant légèrement avec une tige en verre à bout aplati. On évapore une nouvelle fois jusqu'à ce que des vapeurs blanches apparaissent. Le résidu ne doit pas être sec. On verse sur le résidu d'évaporation, dès qu'il est refroidi, 15 cm³ d'alcool et on l'écrase finement avec une tige en verre. Il est important d'écraser très soigneusement le résidu; ainsi seul le perchlorate de potasse ne se dissout pas. On laisse reposer peu de temps et on filtre. Lorsqu'on laisse reposer longtemps, on obtient des résultats trop faibles à cause de l'hygroscopicité du produit. On verse le liquide qui se trouve au-dessus du précipité dans un creuset Gooch ou dans un creuset filtrant en verre; on écrase encore à deux reprises le résidu, en présence d'alcool perchlorique, et on verse le liquide dans le creuset. On fait passer enfin le précipité dans le creuset et on le lave à l'alcool perchlorique. On essore par dépression, puis on relave le perchlorate de potasse avec environ 4 à 5 cm³ d'alcool pur à 96 %.

Le volume du filtrat ne doit pas dépasser 75 cm³. Le précipité est séché pendant 30 minutes à 130° C et pesé, après refroidissement, dans l'exsiccateur.

C. Analyse des engrais phosphatés

I. Dissolution des Phosphates et préparation du précipité de P₂O₅

1. P₂O₅ total.

a) En l'absence de substances organiques.

Réactifs: SO₄H₂ concentré $d = 1,84$.

Technique: On introduit 5 g. de substance dans un ballon Pyrex de 500 cm³, on humecte avec 15 cm³ d'eau environ et on chauffe avec 30 cm³ de SO₄H₂, en agitant souvent, environ 20 minutes jusqu'à dissolution complète. La solution encore chaude est diluée avec de l'eau et le liquide chaud est agité pour briser les croûtes éventuellement présentes. Après refroidissement, on ajuste à la marque, on agite bien et on filtre sur filtre à plis sec. Dans une partie aliquote du filtrat,

l'acide phosphorique est précipité d'après la méthode de Lorenz ou d'après la méthode au citrate (Cf C, II).

b) En présence de substances organiques (Phosphate naturel, poudre d'os guano, etc...).

Réactifs: 1. Sulfate de cuivre pulvérisé. 2. SO₄H₂ $d = 1,84$. 3. Acide nitrique $d = 1,40$.

Technique: On met 5 g. de la substance dans un ballon Pyrex de 500 cm³, on humidifie avec 15 cm³ d'eau environ, et on ajoute 20 cm³ d'acide nitrique après addition de quelques petits grains de Sulfate de cuivre (environ 0,5 g.). On ajoute alors avec précaution 30 à 40 cm³ de SO₄H₂. Cette façon de procéder provoque, habituellement, une réaction violente au départ; c'est pourquoi, on commence à chauffer lentement après diminution de l'effervescence, jusqu'à ébullition douce du contenu du ballon. L'ébullition est continuée jusqu'à décomposition de la matière organique, donc jusqu'à obtention d'un liquide clair. En cas de nécessité, on ajoute encore une fois de petites quantités d'acide nitrique, après addition duquel il faut laisser bouillir chaque fois un certain temps. Après évaporation de l'acide nitrique en excès et après dissolution complète, on fait bouillir en agitant fréquemment le ballon jusqu'à disparition des vapeurs nitreuses et apparition de vapeurs blanches de SO₄H₂. Après refroidissement du contenu du ballon, on ajoute en agitant environ 200 cm³ d'eau puis on ajuste à la marque après complet refroidissement de la solution, qui est ensuite homogénéisée et filtrée sur filtre à plis sec. Les premiers centimètres cubes sont écartés. On prend 15 cm³ du filtrat clair (= 0,15 g.) et on continue d'après Lorenz (Cf C, II).

Remarque. Les substances contenant des carbonates (par exemple le phosphate naturel) sont d'abord humidifiées avec de l'eau puis traitées par 20 cm³ d'acide nitrique. Après diminution de l'effervescence, on ajoute 40 cm³ d'acide sulfurique. La suite de l'opération est la même que plus haut.

En présence d'os, d'arêtes, etc., on laisse reposer le ballon quelque temps ou on chauffe jusqu'à dissolution complète.

2. Acide phosphorique soluble dans l'eau.

a) Dans le superphosphate et les mélanges où il intervient.

On introduit 10 g. de substance dans un flacon de Stohmann de 500 cm³ on ajoute environ 200 cm³ d'eau et on agite vivement. On doit éviter ainsi l'adhérence de la substance aux parois et une prise en masse importante. On ajuste à la marque avec de l'eau et on agite 30 minutes à l'agitateur rotatif à température de la pièce. On filtre à travers un filtre à plis sec et on précipite le P₂O₅ dans 50 cm³ du filtrat (= 1 g. de substance) d'après méthode au citrate (Cf C, II).

b) Dans les superphosphates doubles.

On procède à l'extraction en agitant dans un ballon d'un litre, pendant 30 minutes, à l'aide de l'agitateur rotatif 20 g. avec environ 800 cm³ d'eau; on ajuste au trait, et on filtre. On fait bouillir 25 cm³ de filtrat pendant 10 minutes avec 10 cm³ d'acide nitrique ($d = 1,40$) pour transformer l'acide pyrophosphorique éventuellement présent en acide orthophosphorique. Après addition de la solution de citrate d'ammonium, on ajoute une quantité d'ammoniaque liquide correspondant à l'acide nitrique ajouté; on refroidit puis on continue comme dans le cas des superphosphates ordinaires.

c) Dans les engrais ternaires NPK (par exemple nitrophoska).

On met dans un ballon jaugé de Stohmann de 500 cm³, 10 g. de l'échantillon et on y verse 400 cm³ d'eau. Le ballon est agité pendant 30 minutes à l'agitateur rotatif à raison de 30 à 40 tours/minute. On ajuste au trait, on réagit bien et on filtre. 250 cm³ de cette solution (= 5,0 g.) sont placés dans un ballon jaugé de 500 cm³ et on ajuste au trait. Dans cette solution, on pipette 10 cm³ (0,10 g. de substance) et on ajoute 40 cm³ d'acide nitrique contenant de l'acide sulfurique. Les 50 cm³ de liquide sont traités ensuite d'après Lorenz.

3. Acide phosphorique soluble au citrate d'ammonium d'après Petermann.

cussions seront traduites simultanément dans les trois langues du Congrès (allemand, français, anglais). Les places pourvues de casques d'écoute se trouvent dans les derniers rangs de la salle du congrès. Un résumé des conférences en trois langues sera distribué lors de la réception des imprimés du Congrès.

Il est prévu de publier les conférences à la fin du Congrès, en trois langues. Ces imprimés peuvent être commandés à l'aide de la **carte** ci-jointe, ou verbalement au bureau du Congrès, à Heidelberg.

Les congressistes ayant l'intention de prendre part à la discussion lors de l'une des conférences voudront bien en informer le Comité allemand d'organisation à Darmstadt, Rheinstrasse 91, à l'aide du **bulletin d'inscription** ci-inclus, au plus tard le 31 juillet 1957. Les inscriptions demandées pendant la séance ne pourront être prises en considération par le président du Congrès que si le temps disponible pour la discussion le permet. Des **communications écrites** pour une des conférences doivent être adressées au comité allemand d'organisation, jusqu'au 31 juillet 1957 au plus tard.

5. Carte de participation

Avec la confirmation de l'inscription, le participant recevra du comité allemand d'organisation une carte de participant, avec plaque nominative. La carte de participant est incessible et doit être présentée sur demande aux organes de contrôle. Elle permet:

- a) de participer à toutes les séances du Congrès
- b) de recevoir le catalogue imprimé des participants
- c) de recevoir les communiqués nationaux
- d) de recevoir le compte-rendu en trois langues (compte-rendu multigraphié) des communiqués généraux
- e) d'acquiescer à prix réduit (25 % de réduction) des communiqués généraux imprimés
- f) d'assister à l'illumination du château de Heidelberg et à la réception-cocktail de l'industrie allemande des engrais
- g) de s'inscrire aux excursions scientifiques et aux randonnées

6. Programme pour les dames et manifestations en société

Les épouses des participants recevront la carte du congrès à titre gracieux. Pour les excursions, elles acquitteront la taxe d'inscription. Des précisions au sujet du programme des dames et des manifestations en société sont données à la page 31 de la présente brochure.

7. Excursions scientifiques et randonnées

Le programme des excursions figure à la page 30 de la présente brochure. Le nombre des participants à chaque **excursion scientifique** étant limité, il est prudent de s'inscrire le plus tôt possible auprès du Comité allemand d'organisation, Darmstadt, Rheinstrasse 91, qui enverra aussitôt une confirmation.

Le nombre des participants aux randonnées n'est pas limité. L'Office du Tourisme de la ville, au foyer de la Stadthalle d'Heidelberg, recevra les inscriptions jusqu'au 11 septembre à 18 h. 00.

8. Exposition

Dans les antichambres de la Salle du Congrès a lieu une **exposition de livres scientifiques**. On pourra y voir également un **laboratoire** des plus modernes pour les **recherches des éléments micronutritifs**. Des consultations professionnelles seront données.

9. Bureau de tourisme et de voyages, bureau de poste

Du 9 septembre à 14 heures, au 11 septembre à 19 heures, un guichet de l'Office du tourisme de la ville, un guichet du Bureau allemand de voyages et un guichet de poste seront à la disposition de MM. les congressistes au foyer de la Stadthalle d'Heidelberg.

10. Le **comité allemand d'organisation** a son siège à **Darmstadt**, Rheinstrasse 91, téléphone 57 57. Il installera, du 9 au 12 septembre 1957, un bureau à la Stadthalle d'Heidelberg.