

S-II-9.1V3 – DÉTERMINATION DE L'AZOTE TOTAL PAR COMBUSTION SECHE

1. Objet

Dosage de l'azote total par combustion sèche.

2. Domaine d'application

Méthode de dosage de l'azote total des sols (y compris les sédiments), les matières utilisées sur ou dans les sols et les déchets après combustion sèche.

3. Principe

L'échantillon est chauffé à une température d'au moins 900 °C dans un flux de gaz contenant de l'O₂. Les composés minéraux et organiques de l'azote sont oxydés et/ou volatilisés. Les produits de combustion sont des oxydes d'azote (NO_x) et de l'azote moléculaire (N₂). Après transformation de toutes les formes d'azote en N₂, la teneur totale en azote est mesurée par conductibilité thermique.

4. Préparation de l'échantillon

Conformément à la procédure S-I-1, les échantillons sont séchés à l'air ou à une température inférieure à 40 °C. Ils sont alors émottés et tamisés au travers d'un tamis de 2mm d'ouverture de mailles. Une partie de cet échantillon sera utilisé afin de déterminer la teneur en eau suivant la méthode S.I.3. Si la masse d'échantillon exigée pour l'analyse est inférieure à 2 g, broyer un sous-échantillon représentatif et le passer, sans refus, dans un tamis de 250 µm d'ouverture de mailles afin d'assurer une reproductibilité suffisante de l'essai, conformément à la procédure S-I-1.

5. Analyse préliminaires :

Méthode S-I-3 : Détermination de la teneur en matière pondérale en matière sèche et en eau

6. Appareillages et matériels

- Balance analytique : précision d'au moins 0.1 mg ou microbalance de précision d'au moins 0.01 mg;
- Verrerie courante de laboratoire ;
- Appareil de dosage de l'azote total, par combustion de l'échantillon à une T° de minimum 900 °C comportant un détecteur pour la mesure de l'azote gazeux formé.
- Creusets : porcelaine, quartz, argent, étain ou nickel, de différentes tailles (l'étain et le nickel ne résistent pas à l'acide).

7. Réactifs utilisés

- Gaz de combustion : Oxygène. Voir le manuel d'utilisation de l'appareil pour les spécifications particulières
- Produits chimiques et/ou catalyseurs pour la réduction, l'oxydation, le dégagement ou la fixation des gaz de combustion.
- Substance étalon : acétanilide (C_8H_9NO), acide L-aspartique ($C_4H_7NO_4$), les acides aminés de composition connue ou des échantillons de sol dont la teneur en azote est certifiée. EDTA ($C_{10}H_{16}N_2O_8$)

8. Mode opératoire

8.1 Etalonnage de l'appareil : Etalonner l'appareil conformément aux recommandations du fabricant en utilisant une des substances étalon décrite au point 8. Cette substance aura une teneur en azote aussi proche que possible de celle de l'échantillon.

8.2 Dosage de l'azote total :

- Peser m_1 g de l'échantillon séché à l'air et le placer dans le creuset (la masse dépendra de la teneur en azote total prévue et de l'appareil utilisé) ;
- Procéder aux analyses selon le manuel du fabricant de l'appareil.
- Les résultats sont donnés en mg d'azote (X_1) ou en fraction de la masse d'azote (X_2), exprimée en pourcent, en se référant à la masse du sol séché à l'air utilisée (m_1).

9. Interférences

Selon la méthode de détection employée, des réactifs chimiques et/ou des catalyseurs peuvent être nécessaires pour la réduction, l'oxydation, le dégagement ou la fixation des gaz de combustion qui perturbent l'analyse.

10. Calculs de la teneur en azote total

a) Pour les résultats bruts donnés en mg d'azote :

$$w_N = X_1/m_1 \times (100 + w_{H_2O})/100$$

b) Pour les résultats bruts donnés en % de la fraction de la masse d'azote;

$$w_N = X_2 \times 10 \times (100 + w_{H_2O})/100$$

avec w_N est la teneur (mg/g ou g/kg) en azote total rapportée à l'échantillon séché ;

X_1 est le résultat brut, en milligrammes d'azote ;

X_2 est le résultat brut, en pourcentage (fraction massique) d'azote ;

m_1 est la masse (g) de l'échantillon de l'échantillon séché à l'air pour l'analyse ;

w_{H_2O} est la teneur en eau, exprimée en pourcentage en masse de masse sèche.

11. Rapport d'essai

Le rapport doit contenir au minimum :

- Une référence à la présente méthode de la Région Wallonne;
- Identification complète de l'échantillon ;
- Les valeurs de dosage de l'azote total (g/kg), déterminées sur la base d'un échantillon séché en étuve.
- Les détails opératoires non prévus dans cette méthode, ainsi que tout facteur ayant pu affecter les résultats.

12. Référence

ISO 13878-1998 : Qualité du sol – Détermination de la teneur en azote total par combustion sèche (analyse élémentaire).