

S-II-9.2V2 – DÉTERMINATION DE L'AZOTE TOTAL – METHODE DE KJELDAHL MODIFIEE - DANS LES TERRES AGRICOLES

1. Objet

Détermination de l'azote total Kjeldahl dans des échantillons de terres agricoles.

2. Domaine d'application

La présente méthode décrit une méthode de détermination de la teneur en azote dans les terres agricoles (sous sa forme ammonium, nitrate, nitrite et organique). L'azote dans les liaisons N-N et N-O, et dans certains hétérocycles (telle que la pyridine) n'est que partiellement dosé. La présente procédure est applicable à tous les types de sol et notamment aux terres agricoles.

3. Principe

La présente procédure est fondée sur la minéralisation de type Kjeldahl, mais le catalyseur utilisé est le dioxyde de titane (TiO_2), nettement moins dangereux pour l'environnement que le sélénium.

4. Préparation de l'échantillon

Les échantillons sont préparés conformément à la procédure S-I-1. Une partie de l'échantillon à 2 mm est broyée pour passer, sans refus, au travers d'un tamis à de 250 μm d'ouverture de mailles. Le séchage de l'échantillon favorise les pertes d'ammoniac libre et selon le pH, de celles des sels d'ammonium. Par conséquent, il convient d'éviter tout séchage excessif (105°C). Une partie de l'échantillon à 2 mm servira à la mesure de l'humidité résiduelle conformément à la procédure S-I-3.

5. Appareillages et matériels utilisés

5.1 Réacteurs de minéralisation :

Le réacteur de minéralisation doit être approprié à la masse ou au volume de la prise d'essai utilisée. Par exemple :

- Ballons de Kjeldahl (matras) de 50 ml de capacité nominale.
- Ou tubes en verre pour minéralisation, de 50 ml de capacité, destinés à être utilisés avec un dispositif de chauffage thermo régulé.

5.2 Dispositif de minéralisation :

Les ballons de Kjeldahl (matras) peuvent être chauffés isolément ou, plus couramment, sur une rampe supportant plusieurs matras, en utilisant une calotte chauffante électrique. En tout état de cause, il est important que la surface en verre qui se trouve au-dessus du mélange à minéraliser ne soit pas directement exposée à la chaleur.

Il existe, dans le commerce, des dispositifs de chauffage qui permettent de maintenir une température suffisante pour le reflux du mélange à minéraliser. Ces dispositifs peuvent généralement recevoir jusqu'à 24 tubes pour minéralisation, ce qui permet d'obtenir une plus grande capacité analytique pour le laboratoire.

5.3 Appareil à distiller :

Il convient que le réacteur de minéralisation puisse être directement relié à un appareillage de verre comprenant une tête de colonne à distiller anti-retour, un réfrigérant à eau vertical et un tube d'écoulement dont la sortie est immergée dans la solution absorbante.

Un appareil de distillation automatique de Kjeldahl (type Kjelttec®) commercialisé est approprié pour cette détermination.

5.4 Régulateurs d'ébullition :

Granules ou billes de verre pour réguler l'ébullition.

6. Réactifs utilisés

Tous les réactifs doivent être de pureté analytique reconnue. Utiliser une eau de qualité 2 conformément à l'ISO 3696.

6.1 Acide sulfurique : H_2SO_4 , $\rho = 1.84$ g/ml ;

6.2 Acide salicylique/acide sulfurique : dissoudre 25 g d'acide salicylique dans 1 litre d'acide sulfurique (6.1) ;

6.3 Catalyseur de minéralisation : Broyer et mélanger jusqu'à homogénéisation complète 200 g de sulfate de potassium, 6 g de sulfate de cuivre pentahydraté et 6 g de dioxyde de titane ayant la structure cristalline de l'anastase ;



- 6.4 Thiosulfate de sodium pentahydraté ;
- 6.5 Hydroxyde de sodium, solution 10 M ;
- 6.6 Acide borique, solution à 20 g/l ;
- 6.7 Acide sulfurique, solution 0.01 M ;
- 6.8 Indicateur coloré : Dissoudre 0.1 g de vert de bromocrésol et 0.02 g de rouge de méthyle dans 100 ml d'éthanol.

7. Mode opératoire

Transférer une masse connue d'échantillon séché à l'air (entre 0.2 g et 1 g) dans un réacteur de minéralisation (5.1). Ajouter 4 ml d'acide salicylique/acide sulfurique (6.2) et agiter jusqu'à ce que la solution d'acide soit bien mélangée au sol. Laisser reposer quelques heures (ou pendant la nuit). Ajouter 0.5 g de thiosulfate de sodium pentahydraté (6.4) à l'aide d'un entonnoir dont la tige descend dans la partie bombée du matras. Chauffer le mélange avec précaution sur le dispositif de minéralisation (5.2) jusqu'à ce qu'il n'y ait plus de mousse.

Refroidir le réacteur, ajouter 1.1 g du catalyseur de minéralisation (6.3) et chauffer le mélange réactionnel jusqu'à ce qu'il devienne clair. Pour cela, porter doucement à ébullition le mélange pendant un maximum de 5 h (en générale, 2 h) de façon que l'acide sulfurique se condense approximativement à 1/3 du col du réacteur. S'assurer que la température de la solution ne dépasse pas 400 °C.

Lorsque la minéralisation est terminée, laisser refroidir le réacteur et ajouter lentement et sous agitation 20 ml d'eau déminéralisée. Agiter le réacteur afin d'amener tout produit insoluble dans l'appareil de distillation (5.3). Rincer trois fois à l'eau pour achever le transfert. Ajouter 5 ml d'acide borique (6.6) dans une fiole de 100 ml et placer celle-ci en sortie du condenseur, de manière à ce que son extrémité plonge dans la solution. Ajouter 20 ml d'hydroxyde de sodium (6.5) dans l'entonnoir de l'appareillage et laisser couler doucement dans le ballon de distillation. Distiller environ 40 ml de distillat, rincer l'extrémité du condenseur, ajouter quelques gouttes d'indicateur coloré (6.8) au distillat et titrer avec l'acide sulfurique (6.7) jusqu'à virage au violet.

Un dosage potentiométrique est aussi possible. Il convient que le point de titrage soit à pH = 5.0.

Si une distillation à la vapeur est utilisée, un rapport de distillation jusqu'à 25 ml/min est applicable. Arrêter la distillation lorsque environ 100 ml de distillat ont été collectés.

Un essai à blanc doit être effectué dans les mêmes conditions, mais sans sol.

8. Expression des résultats

La teneur en azote Kjeldahl (N) est exprimée en milligrammes par gramme de matières sèches et est donnée par l'équation (1) :

$$N = \frac{(V_1 - V_0) \times c(H^+) \times 14}{m} \times (100 + wH_2O) / 100$$

où V_1 est le volume, en millilitres, d'acide sulfurique (6.7) utilisé pour le dosage de l'échantillon;

V_0 est le volume, en millilitres, d'acide sulfurique (6.7) utilisé dans l'essai à blanc ;

m est la masse, en grammes, de l'échantillon de sol séché à l'air ;

$c(H^+)$ est la concentration en H^+ de l'acide sulfurique (6.7) utilisé dans l'essai (si H_2SO_4 0.01 M, $c(H^+) = 0.02$ M) ;

14 est la masse molaire de l'azote ;

wH_2O est la teneur en eau, exprimée en pourcentage en masse, de l'échantillon, calculée conformément à la procédure S-I-3.

9. Rapport d'essai

Le rapport doit contenir au minimum :

- Une référence à la présente méthode de la Région Wallonne ;
- L'identification complète de l'échantillon ;
- Les précisions relatives au traitement préalable auquel l'échantillon a éventuellement été soumis ;
- Les résultats du dosage conformément au point 8 ; expression du résultat en mg/g MS ;
- Les détails opératoires non prévus dans la norme, ainsi que tout facteur ayant pu affecter les résultats.

10. Référence

ISO 11261 : 1995 – Qualité du sol – Dosage de l'azote total – Méthode de Kjeldahl modifiée.

ISO 3696 :1995 – Eau pour laboratoire à usage analytique – Spécification et méthodes d'essai