

S-II-11V3 – DÉTERMINATION DE L'AZOTE NITRIQUE ET DE L'AZOTE AMMONIACAL DANS LES MATIÈRES UTILISÉES SUR OU DANS LES SOLS

1. Objet

Détermination de l'azote nitrique et de l'azote ammoniacal dans les matières utilisées sur ou dans les sols.

2. Domaine d'application

La présente méthode décrit la détermination de l'azote nitrique et ammoniacal dans les matières utilisées sur ou dans les sols.

3. Principe

Déplacement de l'ammoniac au moyen d'un excès d'oxyde de magnésium. Par entraînement à la vapeur, l'azote ammoniacal libéré est fixé dans une solution d'acide borique et titré par de l'acide chlorhydrique en présence d'un indicateur.

A l'extrait aqueux, issu de la détermination de l'azote ammoniacal, on ajoute l'alliage réducteur (alliage de Devarda). Les nitrates sont réduits en ammonium. Après entraînement à la vapeur, l'ammoniac est fixé par de l'acide borique et titré par l'acide chlorhydrique en présence d'un indicateur.

Un appareil automatique (type « Kjeltech ») peut-être utilisé pour ce type de dosage en respectant les directives du fabricant.

Une détermination spectrophotométrique manuel ou avec un analyseur en flux continu peut également être utilisée.

4. Conditionnement et conservation de l'échantillon

On se référera aux procédures relatives au stockage, à la conservation et au prétraitement de l'échantillon.

5. Préparation de l'échantillon

Les échantillons sont analysés sur frais pour éviter les pertes en azote ammoniacal et les transformations de l'azote nitrique. Pour ces raisons, il est nécessaire de prélever une prise d'essai à partir d'un échantillon humide et homogénéisé.

5.1 Echantillon ayant une teneur en matière sèche estimée à moins de 15 % :

Après prétraitement les échantillons sont homogénéisés à l'aide d'un mélangeur avec vitesse de rotation réglable d'au moins 10000 tours (différents systèmes peuvent être utilisés). L'objectif est d'obtenir un échantillon parfaitement homogène avant prélèvement de la partie aliquote à analyser.

5.2 Echantillon ayant une teneur en matière sèche estimée à plus de 15 % :

Après prétraitement les échantillons seront dilués pour faciliter l'homogénéisation.

Peser une bouteille (m_0) en plastique de ± 500 ml, transférer quantitativement une prise de l'échantillon dans la bouteille, ajouter une quantité d'eau pesée (m_1) dans la bouteille, peser la bouteille avec l'échantillon et l'eau (m_2).

5.3 Calcul du facteur de dilution

Les échantillons ayant une teneur en matière sèche estimée à moins de 15 %, le facteur de dilution $F = 1$.

Les échantillons ayant une teneur en matière sèche estimée à plus de 15 %, le facteur de dilution $F = (m_2 - m_0) / (m_2 - m_1 - m_0)$.

Où :

F est le facteur de dilution.

m_0 est la masse de la bouteille en plastique vide en g.

m_1 est la masse de la quantité d'eau ajoutée en g.

m_2 est la masse de la bouteille en plastique avec l'échantillon et l'eau en g.

6. Appareillages et matériels utilisés

- Ballons Kjeldahl adaptés
- Système d'entraînement à la vapeur
- Ou analyseur en flux continu

7. Réactifs utilisés

- MgO en poudre (pour la détermination de l'azote ammoniacal) ;
- Alliage de Devarda : 45 % Al, 5 % Zn, 50 % Cu (pour la détermination de l'azote nitrique) ;
- Solution de rouge de méthyle, dissoudre 0.5 g de rouge de méthyle dans 1 litre de solution d'éthanol à 60 % d'éthanol dans l'eau déminéralisée (v/v).
- Solution de bleue de méthylène, dissoudre 1.5 g de bleue de méthylène dans 1 litre d'eau déminéralisée.
- Solution indicateur d'acide borique ; dissoudre dans un ballon jaugé d'un litre 20 g d'acide borique (H_3BO_3), laisser refroidir, ajouter 10 ml de solution de rouge de méthyle et 2 ml de bleue de méthylène. Ajuster le pH à 4.6 (couleur rouge méthyl). Diluer à 1 litre et mélanger.
- Acide chlorhydrique 0.01 N ;
- NH_4NO_3 p.a.

8. Mode opératoire

8.1 Détermination de l'azote ammoniacal :

Peser une quantité de l'échantillon (± 5 g) homogénéisé (voir §5 : préparation de l'échantillon) dans un ballon Kjeldahl de 250 ml ou tube Kjeldahl. On ajoute 0.5 g de MgO et on entraîne à la vapeur jusqu'à distillation complète (vérifier à l'aide de papier tournesol).

Le distillat est récupéré dans un erlenmeyer contenant 10 ml d'acide borique. On opère la titration par de l'acide chlorhydrique 0.01 N. Le blanc se compose de 50 ml d'eau. Le contrôle du rendement d'extraction est effectué à l'aide de 50 ml d'une solution de 200 mg d' NH_4NO_3 par litre.

NOTE : Les dosages d'azote ammoniacal doivent se faire le plus rapidement possible après réception des échantillons.

8.2 Détermination de l'azote nitrique :

50 ml d'eau distillée et 0.5 g de l'alliage de Devarda sont ajoutés au culot de distillation de l'ammoniac, après refroidissement. On entraîne à la vapeur jusqu'à distillation complète (vérifier à l'aide de papier tournesol). Le distillat est récupéré dans un erlenmeyer contenant 10 ml d'acide borique. On opère la titration par de l'acide chlorhydrique 0.01 N. Le blanc se compose de 50 ml d'eau. Le contrôle du rendement d'extraction est effectué à l'aide de 50 ml d'une solution de 200 mg d' NH_4NO_3 par litre.

50 ml d'eau distillée et 0.5 g de l'alliage de Devarda sont ajoutés au culot de distillation de l'ammoniac, après refroidissement. On entraîne à la vapeur jusqu'à distillation complète (vérifier à l'aide de papier tournesol).

Le distillat est récupéré dans un erlenmeyer contenant 10 ml d'acide borique. On opère la titration par de l'acide chlorhydrique 0.01 N. Le blanc se compose de 50 ml d'eau. Le contrôle du rendement d'extraction est effectué à l'aide de 50 ml d'une solution de 200 mg d' NH_4NO_3 par litre.



8.3 Détermination par spectrophotométrie classique ou avec un analyseur à flux continu :

Les échantillons sont préalablement dilués dans un rapport de 1/100 (m/v) dans de l'eau déminéralisée, mélangés filtrés ou centrifugés pour être ensuite analysés.

Le rapport peut être modifié en fonction de la concentration des échantillons.

9. Expression des résultats

Les teneurs en azote nitrique et ammoniacal sont exprimées en milligrammes d'azote par kilogramme (ou par litre) de matières brutes.

10. Rapport d'essai

Le rapport doit contenir au minimum :

- Une référence au milieu extractif utilisé ;
- 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 9 ;
- Les détails opératoires non prévus dans la présente méthode, ainsi que tout facteur ayant pu affecter les résultats.

11. Références

CMA/2/IV/7:2013 – Ammonium-en nitraatstikstof

Ministère de l'Agriculture, Méthodes de convention pour l'analyse des engrais et des amendements du sol, partie I, Engrais, 120 pages.