

Dosage de l'azote organique par la méthode de Kjeldahl

Cette méthode met en œuvre une minéralisation des substances organiques par de l'acide sulfurique concentré et chaud.

Les atomes de carbone de la substance se retrouvent sous forme de CO_2 et les atomes d'azote sous forme d'ion ammonium.

On appelle "masse d'azote Kjeldahl" la somme des masses d'azote sous forme d'ammoniac, ammonium et organique dans un échantillon.

- Etape 1 :

Un prélèvement de terre est séché, broyé et tamisé, puis on introduit 2,556 g de cette terre dans un tube à minéraliser.

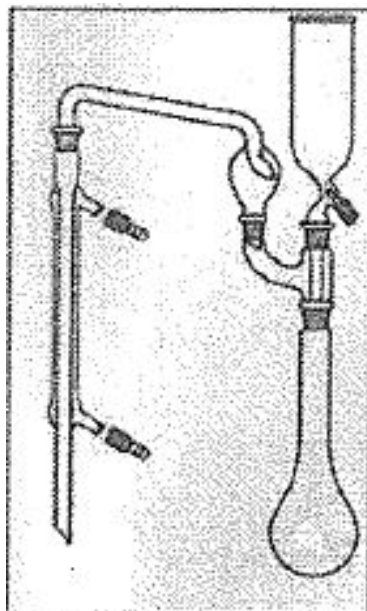
On ajoute environ 10 mL d'acide sulfurique concentré (à 18 mol/L),

Une pointe de spatule de catalyseur à base de sélénium (0,5 g) et on place le tube dans un digesteur (chauffe-tubes) installé sous la hotte avec un entonnoir en verre sur le tube.

On chauffe à ébullition pendant au moins une heure et le tube est sorti du digesteur puis refroidi.

On ajoute alors très lentement en refroidissant dans un bain d'eau froide et en portant des lunettes de protection, environ 30 mL d'eau (on ajoute de l'eau dans une solution concentrée d'acide sulfurique : il faut se protéger d'éventuelles projections d'acide) puis on transvase (le long d'un agitateur en verre) le contenu de ce tube dans l'ampoule de coulée situé en haut et à droite du montage ci-dessous, le robinet inférieur étant ouvert.

Le tube à minéraliser et l'ampoule de coulée sont rincés et les eaux de rinçage récupérées.



- Etape 2 : Distillation

Ajouter trois ou quatre grains de pierre ponce et deux gouttes de solution de phénolphtaléine (indicateur coloré dont la zone de virage se situe dans l'intervalle de pH : 8,0 ; 9,9 et dont la forme basique est rose) dans le matras (ballon à col long) contenant le mélange précédent et plonger le tube inférieur du réfrigérant droit dans un bécher contenant 20,0 mL de solution d'acide sulfurique à 0,0500 mol/L et environ 60 mL d'eau.

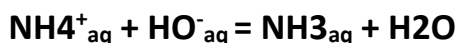
Verser dans l'ampoule de la soude très concentrée et faire couler jusqu'au virage au rose de la phénolphtaléine en agitant légèrement.

Calcul du volume approximatif de soude à 10 mol/L qu'il faudra verser avant la distillation pour neutraliser l'acide sulfurique :

L'acide sulfurique est un diacide : $n_{\text{soude}} = 2 n_{\text{acide sulfurique}} = 2 * 18 * 0,010 = 0,36 \text{ mol.}$

Volume de soude : $n / C_{\text{soude}} = 0,36 / 10 = 0,036 \text{ L} = 36 \text{ mL.}$

Equation de la réaction de l'espèce azotée avec la soude lorsqu'on verse la solution de soude dans le matras :



La phénolphtaléine permet de repérer la fin de la réaction acide base entre les ions ammonium et hydroxyde.

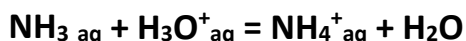
Distiller pendant une vingtaine de minutes, vérifier que le distillat est neutre (papier pH) sinon distiller encore quelques minutes.

- Etape 3 :

Titrer la solution du bécher qui a reçu le distillat par une solution de soude à 0,1220 mol/L en présence de rouge de méthyle (zone de virage dans l'intervalle de pH : 4,2 - 6,2).

Equation de la réaction mis en œuvre dans le bécher qui reçoit le distillat :

Les vapeurs d'ammoniac sont entraînées par la vapeur d'eau lors de la distillation. L'ammoniac réagit avec la solution d'acide sulfurique en excès.



L'excès d'acide sulfurique est titré (titrage indirect) par une solution de soude.

Au virage de l'indicateur, le volume versé de solution de soude est **12,45 mL**

Calcul de la masse "d'azote Kjeldahl" contenue dans l'échantillon et déduction de la masse d'azote Kjeldahl par kg de sol étudié :

L'acide sulfurique est un diacide : $n_{\text{soude}} = 2 n_{\text{acide sulfurique excès}} = 12,45 \cdot 0,1220 = 1,519 \text{ mmol}$

$n_{\text{acide sulfurique excès}} = 1,519 / 2 = 0,7595 \text{ mmol}$

$n_{\text{acide sulfurique initial}} = 20,0 \cdot 0,0500 = 1,00 \text{ mmol.}$

$n_{\text{acide sulfurique réagi}} = 1,00 - 0,7595 = 0,240 \text{ mmol.}$

$n_{\text{NH}_3} = 2 n_{\text{acide sulfurique réagi}} = 2 \cdot 0,240 = 0,480 \text{ mmol.}$

$n_{\text{NH}_3} = n_{\text{NH}_4^+} = 0,48 \text{ mmol.}$

Masse d'azote : $n_{\text{NH}_4^+} \cdot M(\text{N}) = 0,48 \cdot 14,01 = 6,74 \text{ mg dans } 2,556 \text{ g de terre.}$

$6,74 \cdot 1000 / 2,556 = 2,64 \text{ g d'azote par kg de terre.}$