

Dosage rapide de l'azote par entraînement de l'ammoniac dans la vapeur surchauffée et titrage simultané

par

PIERRE NAVELLIER

CHEF DE SECTION DE BROMATOLOGIE AU LABORATOIRE MUNICIPAL DE PARIS.

Lorsque l'on se propose d'étudier l'apport azoté du sol au végétal, il est nécessaire de procéder à de nombreuses déterminations analytiques, car il faut disposer d'assez de chiffres pour les soumettre au calcul statistique.

Malheureusement, les dosages d'azote sont généralement des opérations longues et fastidieuses si l'on utilise les macrométhodes, tandis que les microméthodes, plus rapides, font intervenir des prises d'essai si minimales qu'elles sont fort peu représentatives.

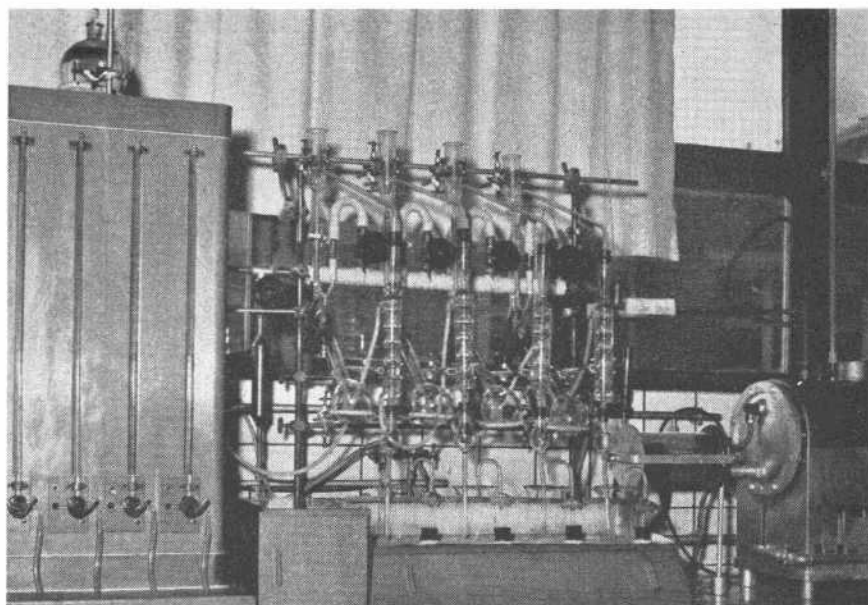
Dans ces conditions, il a paru utile de rechercher un mode opératoire donnant aux macrométhodes la promptitude des microméthodes, mais avec une meilleure sécurité des résultats. En outre, il était intéressant de mettre au point un appareillage supprimant autant que possible les manipulations, causes d'erreur et de perte de temps, et permettant du même coup à l'opérateur d'effectuer dans une journée de travail un beaucoup plus grand nombre de déterminations.

C'est dans cet esprit qu'a été conçu l'appareil à entraînement de l'ammoniac par la vapeur d'eau surchauffée, que nous décrivons succinctement.

Principe. — La prise d'essai macro-analytique peut contenir par exemple de 5 à 100 mg d'azote. L'azote organique est d'abord minéralisé selon la technique habituelle de Kjeldahl, l'azote nitrique est réduit en azote ammoniacal, et l'azote des sels ammoniacaux est dosé sans autre préparation.

Nous n'insisterons pas sur ces opérations préliminaires qui varient selon les études à entreprendre. De toute manière, la solution ammoniacale à doser se trouve placée en fin de compte dans un matras de Kjeldahl, de type courant, plus ou moins volumineux selon les cas.

Ce matras est directement raccordé au tube à entraînement en verre, au moyen d'un bouchon à collerette qui assure sa fixation souple et étanche.



Batterie de quatre appareils
à entraînement.

A droite : Chaudière à gaz avec niveau constant et surchauffeur de vapeur.

Au centre : Appareils raccordés aux matras et à la rampe d'alimentation en vapeur. Les béchers de titrage sont disposés sur un agitateur magnétique multiple, et éclairés par une lampe fluorescente.

A gauche : Batterie de burettes à zéro automatique par niveaux repérés, et réserve de liqueur titrée.

(Cliché Touzart et Matignon.)

Le tube à entraînement comporte plusieurs orifices qui permettent successivement l'introduction de la lessive de soude pour alcaliniser le contenu du matras déjà monté, donc sans perte possible d'ammoniac, puis de faire barboter un courant de vapeur d'eau surchauffée à 250 ou 300° C (surpression : 5 cm Hg environ) qui fait promptement bouillir le liquide et enfin d'entraîner l'ammoniac, à travers un piège à soude efficace et un réfrigérant, dans un bûcher de titrage. Ce titrage est avantageusement effectué en milieu boriqué, avant la fin de la distillation, ce qui permet de saisir avec certitude le terme de cette opération.

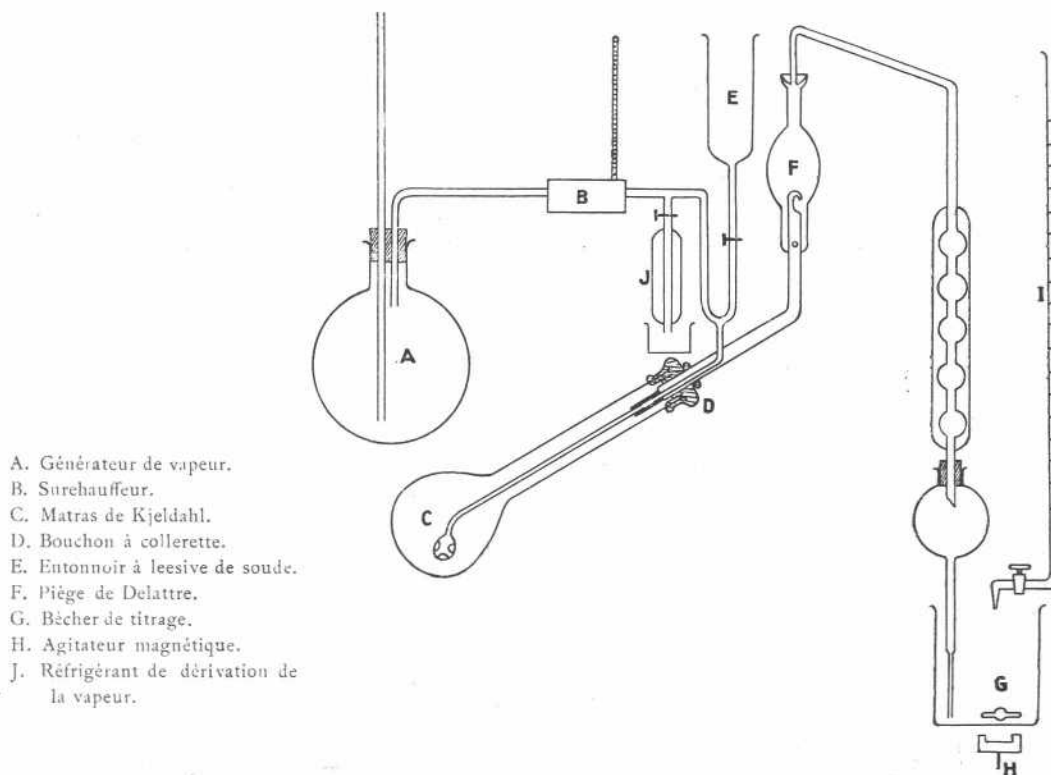


Schéma de l'appareil à entraînement par la vapeur surchauffée.

Le schéma ci-dessus précise le fonctionnement et la présentation de l'appareil, sous sa forme simple unitaire, qui est en service depuis une dizaine d'années au Service de Bromatologie du Laboratoire Municipal de Paris.

Mais cet appareil a surtout été imaginé pour permettre d'effectuer un grand nombre de déterminations en peu de temps, avec peu de personnel et un emplacement assez restreint.

De très nombreux perfectionnements et accessoires : agitateurs magnétiques sous les bûchers de titrage, alimentation pneumatique en soude, burettes automatiques à niveaux repérés, chaudières et surchauffeurs à gaz ou électriques, etc..., dispositifs divers de régulation et de sécurité, font maintenant de cet appareil une véritable « machine à analyser ».

Un opérateur soigneux, même sans connaissances spéciales, et après une très courte période d'initiation, peut exécuter seul et sans bousculade une centaine de déterminations par journée de travail. Des appareils de moindre puissance ont été également réalisés, et l'on peut aussi en construire de plus importants.

Il semble que de tels appareils soient de nature à supprimer les « goulots d'étranglements » que constituent trop souvent les nombreux dosages d'azote qu'il faut effectuer au cours des études sur la nutrition végétale et l'amélioration des sols.