

Dosages pris en examen	Traitement de la prise d'essai en vue de la solubilisation du P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>			Méthodes prises en examen	Méthodes que le Comité du C. I. E. C.			
	rapport Engrais Solvant	Agitation mécanique			accepte comme officielles	soumet au contrôle collégial	les modalités exécutives sont décrites dans	
		sans broyage minutes	après broyage ou trituration minutes				Bibl.	Pag.
			Broyage et lavages	<p>1. <b>Méthodes gravimétriques:</b>                      A. Pesée du Mg<sub>2</sub>P<sub>2</sub>O<sub>7</sub>:                      a) Méthode au NH<sub>4</sub> citrate + mixture magnésienne                      b) Méthode au «Citrate de Fer»                      c) Méthode au Nitro-Molybdate + mixture magnésienne                      B. Pesée du phosphomolybdate:                      a) LORENZ                      b) Pesée du précipité jaune chauffé a 550-600° C.                      2. <b>Méthodes volumétriques:</b>                      a) Méthode PEMBERTON                      b) Méthode GISIBER                      3. <b>Méthodes colorimétriques:</b>                      a) au Bleu Phosphomolybdique (méthode BPM)                      b) au Jaune Phosphovanadomolybdique (méthode VM)</p>			(1) (1) (2) (1) (2) (2) (2) (5) (6)	33 34 29-48-58-67-87 110-173 28 36 103-182 156

Dosages pris en examen	Méthodes prises en examen	Méthodes que le Comité du C. I. E. C.			
		accepte comme officielles	soumet au contrôle collégial	les modalités exécutives sont décrites dans	
				Bibl.	Pag.
	<p>1. <b>Méthodes gravimétriques:</b>                      A. Méthodes au Perchlorate:                      a) Pesée du KClO<sub>4</sub>                      b) Pesée du KClO<sub>4</sub> après séparation par le cobaltinitrite                      B. Méthodes au Chloroplatinate:                      a) Pesée du K<sub>2</sub>PtCl<sub>6</sub>                      b) Pesée du Platine (réduction au formiate)                      c) Pesée du Platine (réduction au Mg + HCl)                      d) Titration de l'HCl en milieu alcoolique                      2. <b>Méthode photométrique à la flamme</b></p>			(1) (2) (1) (2) (2) (2) (7) (8)	52 60 53 62-69-92 175-185 92-(117-118) 122-138-176 41-51-117 159

**Bibliographie**

- SCHMITT L.: Die Untersuchung von Düngmitteln. Neumann-Verlag, Radebeul und Berlin, II. Auflage, 1954.
- Documentation O. E. C. E. — Les Engrais — Méthodes d'Analyse en usage dans les Pays de l'O. E. C. E., 1952.
- GERICKE S.: Analytische Chemie der Düngmittel. Ferdinand-Enke-Verlag, Stuttgart, 1949.
- LEROUX D.: Engrais Amendements Produits pour la Protection des Cultures — Etude et Analyse — Gauthier-Villars Edition, Paris, 1951.
- GELLI P.: Determinazione fotometrica del titolo dei concimi fosfatici. — Annali Sperimentazione Agraria, nuova serie, Vol. VI, n. 2, 347-358 (1952).
- EPPS E. A. Jr.: Photometric Determination of Available Phosphorus Pentoxide in Fertilizers. Analytical Chemistry, Vol. 22, n. 8, 1062-1063 (1950).
- GELLI P.: Sulla determinazione del titolo dei concimi potassici col metodo «alla flamma». — Annali Sperimentazione Agraria, nuova serie, Vol. VI, n. 2, 359-365 (1952).
- GEHRKE C. W., AFFSPRUNG H. E. and WOOD E. L.: Flame Photometric Determination with Ion Exchange Separation of Interfering Anions — Agricultural and Food Chemistry, Vol. 3, n. 1, 48-50 (1955).
- Official METHODS OF ANALYSIS of the Association of Official Agricultural Chemists (A. O. A. C.), 7th Edition, 1950, Published by the A. O. A. C., P. O. Box 540, Benjamin Franklin Station, Washington 4, D. C.

**Précisions relatives à la détermination de l'azote**

dans les engrais minéraux, organo minéraux et organiques

Prof. J. CUZIN, Paris

Cette détermination se réalise pratiquement toujours selon le procédé originel de Kjeldahl dont je rappelle le principe: Lorsqu'on traite à chaud une combinaison organique ou minérale contenant de l'azote par de l'acide sulfurique concentré en présence d'un catalyseur approprié, la totalité de l'azote présent passe à l'état (NH<sub>4</sub>) cependant que corrélativement le reste des structures organiques présentes est oxydé totalement jusqu'aux stades CO<sub>2</sub> et H<sub>2</sub>O — l'ion ammonium présent à l'état de sulfate, est ensuite déplacé par la vapeur d'eau après alcalinisation de la liqueur, et dosé par un procédé quelconque (volumétrie, iodométrie, colorimétrie etc...).

Le choix de l'opérateur est ici orienté par:

- échelle de l'analyse (macro, semi-micro, micro)
- exigences de rapidité d'exécution.

Les difficultés qu'on peut rencontrer se manifestent d'une façon sensible à partir de l'instant où une partie notable de l'azote à doser se trouve engagé soit dans des formes d'oxydation supérieures (azote lié à l'oxygène) soit dans des noyaux cycliques.

Ces deux cas se rencontrent très fréquemment dans les dosages de matières organo-humiques par exemple, et la méconnaissance de cette particularité peut entraîner des divergences analytiques regrettables.

On obvie à la difficulté:

- par le choix de la **liqueur d'attaque**.

La technique qui nous a donné les meilleurs résultats (et surtout les plus exactement reproductibles) est celle de JODLBAUER qu'on peut résumer ainsi:

La prise d'essai, avant sa destruction oxydative habituelle, selon Kjeldahl original, est traitée (par q. s. pour couvrir la prise) par mélange:

Phénol 40 g.  
SO<sub>4</sub>H<sub>2</sub> concentré 1 litre

La prise d'essai est abandonnée à la température du laboratoire puis on réduit à l'état d'amido-phénols les nitro-phénols formés par addition de poudre de zinc (2 à 5 g. selon quantité présumée d'azote).

On continue ensuite l'attaque, puis la distillation et le dosage comme dans le Kjeldahl normal.

- par le choix du **catalyseur**.

Nous obtenons les résultats les plus constants par addition ménagée de **Perhydrol** à la fin de l'attaque Kjeldahl selon proportions suivantes:

échelon macro 1 à 3 cc ajouté à la goutte à partir du 2<sup>e</sup> tiers de l'attaque oxydante,  
échelon micro 1 à 5 gouttes

**Sur l'unification des méthodes d'analyse pour les engrais**

Observations de la part du Dr J. J. LEHR, ing., Wageningen (NL)

**1. Définition de l'azote total dans des substances organiques par la méthode JODLBAUER**

Dans la première séance de la commission a été proposée la méthode JODLBAUER pour le dosage de l'azote total dans des substances organiques et des engrais composés organo-minéraux.

Comme, à ce propos (1) ont été exprimés des doutes sur la sûreté de cette méthode pour des substances riches en nitrate, il semble désirable de définir plus exactement s'il s'agit ici d'un contenu naturel de nitrate ou alors d'une adjonction d'azote minéral sous forme nitrique.

Dans le cas d'engrais organo-minéraux riches en nitrate, il faudrait mentionner aussi les deux formes dans le certificat d'analyse à côté du contenu d'azote total, parce que la valeur effective des deux formes d'azote (organique et nitrique) est absolument différente.

Tenant compte des difficultés mentionnées par Prof. CUZIN, concernant la détermination par le procédé KJELDAHL (voir note du 23 juin 1955), nous nous permettons de mettre en évidence les points suivants:

- D'après DEYS et MLE BOSMAN (2) lors de l'emploi d'acide sulfurique avec des adjonctions de mercure, sulfate de soude, sulfate de cuivre et sélénium, on obtient au bout de 35 minutes une décomposition complète de la substance analysée, de sorte que presque tout contenu de nitrate est fixé.
- LINDNER et HARLEY (3, 4) ont recommandé l'analyse de la substance organique avec le l'acide sulfurique et de l'oxygène. Voir aussi la remarque relative au Perhydrol faite par le Prof. CUZIN dans sa note du 23 juin. Selon les expériences hollandaises, le contenu en nitrate ne se sépare que partiellement, surtout lorsqu'il s'agit de grandes quantités de nitrate. Cette méthode est pourtant très rapide et mérite certainement un examen.
- Une comparaison des méthodes devrait aussi inclure la méthode A. O. A. C. (traitement préalable du nitrate avec de l'acide salicylique etc. [5, 6]).
- DE MAN (7) a développé une méthode pour déterminer la substance organique sans nitrate. Dans ce procédé on ajoute de l'eau à l'échantillon sec dans la cornue de KJELDAHL, ensuite de l'acide sulfurique et du catalisa-