

c) Constitution de l'échantillon réduit

L'échantillon réduit doit être constitué en principe au maximum quarante-huit heures après la fin des opérations de prélèvement de l'échantillon global.

Brasser l'échantillon global et écraser les agglomérats de manière à le rendre bien homogène, puis le réduire si nécessaire, soit au moyen d'appareils échantillonneurs automatiques convenablement agencés, soit à la main en appliquant la méthode des secteurs ou des quartiers, de façon à obtenir une quantité finale de l'ordre de 1,5 kg. à répartir en six flacons en verre de 250 g. bouchés liège et cachetés, deux étant réservés pour analyse, deux en cas de litige entre les parties, et deux conservés pour examen contradictoire éventuel.

Marque des échantillons

Les récipients contenant les échantillons réduits doivent être munis à l'extérieur de toutes les marques d'identification nécessaires pour que l'on puisse reconnaître l'échantillon d'une façon certaine.

Ces marques doivent être indélébiles et indiquer ou permettre de retrouver entre autres renseignements le nom de l'agent ayant procédé à l'échantillonnage, le lieu et la date des opérations, et la référence au procès-verbal d'échantillonnage.

d) Procès-verbal d'échantillonnage

Le procès-verbal doit mentionner dans le détail, en particulier, les conditions dans lesquelles se présente le produit à échantillonner, le mode opératoire appliqué et toutes les circonstances de nature à influencer sur l'échantillonnage.

Il doit en outre indiquer:

- le nom et l'adresse de l'acheteur et le nom de son représentant,
- le nom et l'adresse du vendeur et le nom de son représentant,
- la masse totale et la nature du chargement,
- le mode d'emballage,
- la masse de chaque emballage sur lequel on prélève les échantillons s'il y a lieu,
- les noms du ou des vapeurs, allèges ou péniches, ou les numéros des wagons,
- au besoin le numéro du lot,
- l'endroit où ont lieu les opérations,
- la durée et la date des opérations,
- une référence correspondant à celle indiquée sur les étiquettes des flacons.

Dosage de l'azote ammoniacal par la méthode à l'hypochlorite de sodium

J. PIERRAIN, ing. agr., Douvrin

Principe

Le composé ammoniacal est décomposé par l'hypochlorite avec formation d'azote suivant la réaction:
 $SO^4(NH^4)^2 + 3 ClO Na \rightarrow N^2 + 3 Cl Na + SO^4H^2 + 3 (H^2O)$
L'opération est effectuée en présence de bromure de potassium qui sert à la fois de régulateur et d'indicateur. Le moindre excès d'hypochlorite met le brome en liberté et la solution se teinte en jaune.

Solutions nécessaires

- A. Liqueur témoin de sulfate d'ammonium à 1% (10 grammes par litre).
- B. Solution d'hypochlorite de sodium à 5% chlorométrique (environ).
- B. Solution tampon de bicarbonate de sodium (à saturation).
- D. Solution de bromure de potassium à 25%.
- E. Solution de sel à analyser à 1% (10 grammes par litre).

Mode opératoire

Dans 20 cc de liqueur témoin de sulfate d'ammonium (A) ajouter 30 cc de solution de bicarbonate (C) et 10 cc solution de bromure de potassium (D).

La solution d'hypochlorite contenue dans une burette graduée, est versée goutte à goutte, en agitant, dans une solution précédente jusqu'à apparition d'une teinte jaune, persistante qui marque la fin du dosage. Cette teinte peut être observée à l'œil ou mieux au moyen de l'œil magique.

Soit «N» le volume d'hypochlorite ajouté. Les opérations sont répétées, de façon identique, avec la solution du sel à analyser (E).

Soit «N'» le nouveau volume d'hypochlorite. La teneur en azote ammoniacal du produit est égale à $\frac{N'}{N} \times 21,21$.

Avantages de la méthode

- 1. En opérant par comparaison avec un produit pur on élimine les causes d'erreur dues aux liqueurs et aux instruments jaugés.

- 2. Méthodes très rapide, permettant d'effectuer de nombreuses opérations en série.
- 3. Méthode précise, qui donne pratiquement les mêmes résultats que la méthode par distillation.
- 4. Tolérance possible 0,5% de la teneur en azote ammoniacal ($\pm$ 0,1% d'azote sur un sulfate).

Inconvénients

La méthode ne s'applique pas en présence de matières oxydables.

Comme méthode par distillation, elle doit être réservée à l'analyse des sulfate, nitrate, chlorure.

Résultats obtenus

Depuis plusieurs années, cette méthode est utilisée dans les laboratoires de la Société FINALENS à DOUVRAIN pour le contrôle du sulfate et de l'ammonitrate. Elle donne entière satisfaction. Le tableau suivant résume parmi beaucoup d'autres, les résultats obtenus comparativement avec les autres méthodes.

Echantillons analysés	Méthodes	Distillation à la soude	ClO Na	FORMOL	
				I avec sol. témoin	II sans sol. témoin
Sulfate d'ammonium	(1)	21,0	20,95	21,0	20,9
	(2)	20,80	20,85	20,8	20,7
	(3)	21,05	21,00		
Nitrate d'ammonium	(1)	16,5	16,45	16,45	16,35
	(2)	17,5	17,45	17,50	17,40
	(3)	17,0	17,00	17,00	16,90

d'analyse qui concernent les engrais azotés: j'ai élaboré l'annexe no 1 où j'ai catalogué les dosages que je voudrais proposer et les méthodes analytiques correspondantes. Pour ce qui concerne les engrais phosphatiques et potassiques, je me suis borné à cataloguer seulement les méthodes de dosage que, à mon avis, devraient être prises en considération (voir respectivement l'annexe no 2 et l'annexe no 3).

J'ai tenu en considération les méthodes d'analyse des engrais contenues dans la «Bibliographie».

J'espère que le Comité voudra prendre en considération les dosages catalogués dans l'annexe no 1 et les méthodes d'analyse catalogués dans les trois annexes et établir quelles méthodes on peut accepter dès à présent comme officielles et quelles, au contraire, on a l'intention de soumettre au con-

Sur l'unification des méthodes d'analyse des engrais

Rapport présenté à la deuxième réunion du Comité International du C.I.E.C. pour l'Unification des Méthodes d'Analyse des Engrais par le Prof. Antonio FABRIS de l'Université de Naples-Portici (Italie) et le Prof. Carlo FERRARI de l'Université de Bologna (Italie)

- 1. Pour faciliter l'examen du point no 1 à l'ordre du jour «Méthode d'extraction de l'acide phosphorique dans les engrais», les rapporteurs ont élaboré l'annexe A, où ils ont pris en considération les dosages que l'on exécute généralement dans les principaux engrais phosphatés et ils ont indiqué, à l'occasion, les traitements que l'on doit effectuer sur la prise d'essai en vue de la solubilisation du P_2O_5 dans les différents engrais.
- Il est bien entendu qu'après avoir porté en solution l'acide phosphorique, on le dosera ensuite selon une des méthodes (gravimétrique, volumétrique ou colorimétrique) choisie parmi celles que le Comité a déjà acceptées comme officielles ou a soumises au contrôle collégial dans sa première réunion.
- 2. A l'égard du point no 2 de l'ordre du jour «Méthode de prise d'échantillons pour les divers engrais azotés, phosphatés, potassiques, composés et amendements calcaires», les rapporteurs sont convaincus que ce sujet a sans doute une importance fondamentale dans les négociations commerciales d'engrais chimiques, tant dans l'intérieur de chaque pays que dans les échanges internationaux. Toutefois ils expriment l'opinion qu'il est très difficile d'établir des règles de caractère international pour la prise des divers types de produits.

Les rapporteurs croient convenable discuter et fixer, pour le moment, seulement quelques règles de caractère général concernant, par exemple, le rapport entre la masse totale du produit sur laquelle on exerce le contrôle et celle d'où l'on doit prendre les échantillons; leur quantité; la technique de la prise des échantillons, même au point de vue légal; les éventuels instruments que l'on doit employer pour la prise des échantillons, etc.

Les rapporteurs partagent la proposition que M. CUZIN a soumise pendant la première réunion, c'est-à-dire de nommer une sous-commission avec la charge d'élaborer des méthodes pour échantillonner les divers produits.

- 3. Pour ce qui regarde le point no 3 de l'ordre du jour «Définition de la „chaux amendante», les rapporteurs attirent l'attention sur le fait que l'adjonction de chaux au sol exerce trois fonctions principales:
 - 1. Elle modifie la structure du terrain, car elle facilite la circulation de l'air et de l'eau et rend le labourage plus aisé. En outre elle favorise la formation de complexes

trôle collégial proposé au point 2, si la procédure susmentionnée est acceptée.

Le Comité devra en outre fixer les modalités que l'on devra suivre pour la préparation de l'échantillon à soumettre à l'analyse: rapport engrais/solvant et, éventuellement, modalités et temps d'agitation.

Enfin le Comité devra décider sur l'opportunité d'adopter des méthodes unifiées même pour le dosage des **Micro-éléments** dans les engrais. Dans l'affirmative, on pourrait tout de suite établir pour quels micro-éléments on devrait soumettre au contrôle collégial les méthodes d'analyse. — Je ferai la proposition que l'on prenne en considération soit les méthodes décrites dans le volume du Prof. Schmitt (1), soit celles contenues dans les «Official Methods of Analysis of A. O. A. C.» (9).

humus-argilleux qui adsorbent les ions indispensables à la vie des plantes.

2. Elle corrige la réaction acide du terrain en portant le pH à la valeur la plus propre aux cultures et en favorisant l'assimilation de l'azote, du phosphore et du potassium.

3. Elle apporte au sol un élément indispensable à la vie des plantes.

Dans l'habituelle routine agricole la deuxième action a une importance prééminente sur les autres et fondamentale, car l'on peut remédier plus facilement à la carence de calcium en fournissant au sol des engrais contenant des composés de calcium comme composants secondaires (superphosphates, scorie de déphosphoration, cyanamide de calcium, etc.).

Dans le but de corriger et d'amender le terrain on propose d'évaluer la chaux pour usage agricole en rapport à son contenu de «chaux active» en excluant tout autre composé de calcium peu soluble (p. e. les silicates) et de magnesium (s'il se trouve présent en quantité remarquable) en considération de son action plus lente.

Il ne semble pas opportun de fixer un contenu minimum de chaux active dans la chaux amendante, mais au contraire, il pourrait être très utile de déterminer le degré de finesse du produit.

- 4. «Méthode d'analyse de la chaux amendante»:
 - a) dans les amendements calcaires. D'après les considérations que l'on vient d'exposer, on propose pour l'évaluation de la chaux active un dosage volumétrique au moyen d'un traitement d'une quantité pesée du produit avec un volume connu de H.C.I. n/1 et titrage de l'excès d'acide avec Na.O.H. n/1. En présence de remarquables quantités de fer et d'aluminium, on conseille d'ajouter, avant le titrage, quelques cc d'une solution au 10% de tartrate neutre de potassium.

En presence de remarquables quantités de composées de magnesium, on conseille d'en exécuter la détermination par les méthodes usuelles de l'analyse quantitative et de les déduire de la quantité d'oxyde de calcium que l'on a dosée par le titrage sus-mentionné.

- b) dans les engrais (cyanamide, scories, phosphates naturels). Au point de vue commercial, on ne voit pas quelles raisons particulières peuvent justifier la détermination de la