

Méthodes internationales d'analyses des engrais

A. Analyses des engrais azotés

I. Détermination de N ammoniacal

1. Par distillation à l'aide d'une solution de soude caustique (NaOH à 35 %).

Méthode: On dissout 10 g. de substance dans l'eau distillée d'un ballon jaugé de 500 cm³; on remplit jusqu'à la marque. Après remplissage on agite pendant une demi-heure dans l'appareil à mouvement rotatoire; il faut veiller à ce qu'il reste assez d'air dans le col du ballon pour permettre une bonne agitation. On verse 50 cm³ (= 1,0 g. de substance) du liquide clair se trouvant au-dessus du dépôt dans un ballon à distiller, on ajoute d'abord 250 cm³ d'eau, puis 5 à 10 cm³ de lessive de soude qu'on fait couler sous le liquide contenant les sels ammoniacaux en solution. Avant de fermer l'appareil on ajoute de la poudre de pierre ponce. On distille. On recueille dans 40 cm³ d'acide sulfurique n/2.

II. Détermination de N nitrique

Méthode de Devarda.

Réactif: alliage de Devarda (45 % Al, 5 % Zn, 50 % Cu).

Marche de l'analyse: on dissout 10 g. de substance dans l'eau d'un ballon jaugé de 500 cm³; on verse 25 cm³ de la solution = 0,5 g. de substance dans un ballon à distiller et on ajoute environ 300 cm³ d'eau distillée et 2,5 g. d'alliage de Devarda ainsi que 25 cm³ de lessive de soude à 30 %. Le ballon est immédiatement fixé à l'appareil de distillation. On recueille dans l'acide sulfurique titré mis en place préalablement. On agite pendant un bref moment le ballon à distiller et on chauffe à petite flamme. Il se produit un faible dégagement d'hydrogène qui dure environ une heure jusqu'à complète décomposition de l'alliage.

Lorsque la réaction principale est terminée, la distillation proprement dite commence qu'on poursuit pendant une demi-heure à grande flamme.

III. Détermination de N organique

1. En présence ou en absence de N nitrique.

Méthode Kjeldahl-Jodlbauer.

Réactifs: 1. acide sulfurique phénolé (40 g. de phénol dans 1 litre d'acide sulfurique, d = 1,84). 2. Poudre de zinc dépourvue d'N. 3. Mercure. 4. Sulfure de potassium (40 g. K₂S dans 1 litre d'eau).

Marche de l'analyse: On verse dans un ballon Kjeldahl contenant 1 g. de substance finement broyée 25 cm³ d'acide sulfurique phénolé en agitant légèrement le ballon. On refroidit soigneusement le ballon et on ajoute progressivement et avec prudence en continuant à refroidir, 2 à 3 g. de poudre de zinc et 1 g. de mercure. La détermination se fait d'après Kjeldahl. Après 30 à 45 minutes tous les composés de l'azote sont transformés en ammoniacque.

2. Dans la cyanamide calcique (CaCN₂ ordinaire).

Méthode originale de Kjeldahl.

Réactifs: 1. Acide sulfurique, d = 1,84. 2. Mercure. 3. Sulfure de potassium (40 g. K₂S dans 1 litre d'eau). 4. Cuivre métallique (poudre ou copeaux) ou sulfate de cuivre. 5. Lessive de soude dépourvue d'N, d = 1,30.

Marche de l'analyse: On pèse 1 g. de substance et la met dans un ballon Kjeldahl de 750 cm³; on ajoute une goutte de mercure (1 g.) ou un peu de cuivre sous forme de copeaux ou de poudre, ou du sulfate de cuivre. On verse dessus ensuite prudemment 20 à 30 cm³ d'acide sulfurique concentré (d = 1,84). On chauffe le contenu du ballon d'abord avec une petite, ensuite avec une plus grande flamme jusqu'à ce que le liquide soit devenu incolore, ou, en présence de cuivre, vert clair. Il

est recommandé de continuer à chauffer environ 30 minutes après la décoloration.

Lorsque le ballon est complètement refroidi on ajoute peu à peu au liquide 250 cm³ d'eau distillée. La solution s'échauffe ainsi, mais est refroidie et versée toute dans un ballon à distiller, à moins que le même ballon puisse être utilisé directement pour la distillation. Pour éviter les coups pendant la distillation, on ajoute un peu de zinc râpé ou du graphite (dépourvu d'N). On verse ensuite rapidement 90 cm³ de lessive de soude et, pour éliminer le mercure si on en a employé, 25 cm³ d'une solution aqueuse de sulfure de potassium. On fixe le ballon le plus rapidement possible à l'appareil de distillation et on distille complètement l'ammoniacque. En général cela dure 30 à 40 minutes à partir du début de l'ébullition.

3. Dans la cyanamide calcique contenant de l'N nitrique.

Méthode au chlorure d'étain.

Réactifs: 1. Chlorure d'étain (120 g. de chlorure d'étain, cristallisé, et 400 cm³ d'acide chlorhydrique, d = 1,19, donnent un litre de solution. Cette solution doit être parfaitement claire, et, pour lui garder sa propriété de réducteur, on doit la garder en flacon bouché). 2. Poudre de fer, réduite, pure. 3. Sulfate de potasse, en poudre fine, pur. 4. Acide sulfurique, d = 1,84. 5. Lessive de soude, d = 1,34, pure.

Marche de l'analyse: A 1 g. de cyanamide perlée + 0,5 g. de poudre de fer, on ajoute 50 cm³ de solution de chlorure d'étain. On renverse le ballon et le laisse reposer une demi-heure; pendant ce temps on renverse encore le ballon après 10 et 20 minutes. On ajoute ensuite 10 g. de sulfate de potasse et 25 cm³ d'acide sulfurique. Après départ par ébullition de l'eau on chauffe encore une demi-heure. Le liquide doit bouillir doucement, de trop grandes quantités d'acide sulfurique ne doivent pas être distillées. On refroidit, ajoute 300 cm³ d'eau et distille comme d'habitude.

4. Analyses particulières de la cyanamide calcique.

a) Analyse de l'N de la cyanamide.

Réactifs: 1. acide acétique glacial. 2. solution d'acétate d'argent à 10 %, ammoniacale (100 g. d'acétate d'argent sont dissous dans 400 cm³ d'ammoniacque à 10 %; on complète avec de l'eau distillée à 1 litre).

Marche de l'analyse: On mélange 5 g. de cyanamide calcique avec environ 400 cm³ d'eau et 15 cm³ d'acide acétique glacial dans un flacon Stohmann d'un litre. On agite pendant une heure dans l'appareil à mouvement rotatoire. On filtre dans un ballon jaugé d'un litre; on lave rapidement à l'eau froide le résidu qu'on fait passer dans le flacon Stohmann, mélange encore avec 400 cm³ d'eau + 5 cm³ d'acide acétique glacial et place pendant une heure dans l'agitateur. On filtre après à travers le même filtre dans le même ballon jaugé, on lave à l'eau froide et on complète jusqu'à la marque. L'extrait doit être aussitôt traité.

50 cm³ du filtrat (= 0,25 de substance) sont rendus légèrement ammoniacaux dans un becher de 250 cm³ et mélangés avec 15 cm³ d'une solution ammoniacale et chaude d'acétate d'argent à 10 %.

Le précipité jaune de cyanamide d'argent est recueilli sur un filtre à bande blanche et le liquide dans un becher de 400 cm³. (Le filtrat sert à analyser l'N de la dicyandiamide). Le précipité est lavé à l'eau froide jusqu'au départ de toute ammoniacque. Sans les sécher, précipité et filtre servent à la détermination d'N de la cyanamide d'après Kjeldahl comme pour l'N total.

b) Analyse de l'N de la dicyandiamide.

Méthode de H. Kappen.

Réactifs: 1. Alcool à 95 %. 2. Solution d'acétate d'argent n/10. 3. Lessive de potasse à 10 %.

Marche de l'analyse: On agite ensemble 10 g. de cyanamide 250 cm³ d'alcool à 95 % dans un ballon de 500 cm³ pendant

C.I.E.C.

Centre International des Engrais Chimiques

Faites-nous parvenir votre adhésion de Membre de notre CENTRE, pour l'une des catégories suivantes:

Catégorie A: Grandes Industries, Institutions, Organisations syndicales ayant trait à la production, la consommation, expérimentation ou recherche dans le champ des engrais chimiques et organiques, avec une cotisation annuelle de fr. s. 1000.— ou équivalent en valeur de votre pays.

B: Idem, mais de moindre importance financière que les premières, avec une cotisation annuelle de fr. s. 500.—, ou équivalent en valeur de votre pays.

C: Entreprises, Sociétés, Institutions, moins grandes que celles envisagées sous la catégorie B, avec une cotisation annuelle de fr. s. 300.— ou équivalent en valeur de votre pays.

Les membres de notre Centre ont droit de participation à toutes les Conférences ou Congrès internationaux organisés par notre Institution. Ils pourront présenter des rapports, des suggestions et participer dans les discussions sur les projets à réaliser, dans l'intérêt du développement de la production et consommation des engrais et amendements et par conséquent dans l'intérêt du développement de l'Agriculture sur base internationale.

Pour tous renseignements ultérieurs, prière de s'adresser au

Secrétariat Général du C. I. E. C.

Beethovenstrasse 24, ZURICH (Suisse)