

NORME
INTERNATIONALE

ISO
11261

Première édition
1995-03-01

**Qualité du sol — Dosage de l'azote
total — Méthode de Kjeldahl modifiée**

iTech Standards

*Soil quality — Determination of total nitrogen — Modified Kjeldahl
method*

(<https://standards.iteh.ai>)
Document Preview

ISO 11261:1995

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/cde41e48-376f-423a-9794-26445243a323/iso-11261-1995>



Numéro de référence
ISO 11261:1995(F)

Avant-propos

L'ISO (Organisation internationale de normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (comités membres de l'ISO). L'élaboration des Normes internationales est en général confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique créé à cet effet. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO participent également aux travaux. L'ISO collabore étroitement avec la Commission électrotechnique internationale (CEI) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 11261 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 190, *Qualité du sol*, sous-comité SC 3, *Méthodes chimiques et caractéristiques du sol*.

L'annexe A de la présente Norme internationale est donnée uniquement à titre d'information.

ISO 11261:1995

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/cde41e48-376f-423a-9794-26445243a323/iso-11261-1995>

© ISO 1995

Droits de reproduction réservés. Sauf prescription différente, aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie et les microfilms, sans l'accord écrit de l'éditeur.

Organisation internationale de normalisation
Case Postale 56 • CH-1211 Genève 20 • Suisse

Imprimé en Suisse

Qualité du sol — Dosage de l'azote total — Méthode de Kjeldahl modifiée

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit une méthode de dosage de la teneur totale en azote dans le sol (sous sa forme ammonium, nitrate, nitrite et organique). L'azote dans les liaisons N-N et N-O, et dans certains hétérocycles (telle que la pyridine) n'est que partiellement dosé. La présente Norme internationale est applicable à tous les types de sol.

2 Références normatives

Les normes suivantes contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui en est faite, constituent des dispositions valables pour la présente Norme internationale. Au moment de la publication, les éditions indiquées étaient en vigueur. Toute norme est sujette à révision et les parties prenantes des accords fondés sur la présente Norme internationale sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer les éditions les plus récentes des normes indiquées ci-après. Les membres de la CEI et de l'ISO possèdent le registre des Normes internationales en vigueur à un moment donné.

ISO 3696:1987, *Eau pour laboratoire à usage analytique — Spécification et méthodes d'essai*.

ISO 5725:1986, *Fidélité des méthodes d'essai — Détermination de la répétabilité et de la reproductibilité d'une méthode d'essai normalisée par essais interlaboratoires*.

ISO 11464:1994, *Qualité du sol — Prétraitement des échantillons pour analyses physico-chimiques*.

ISO 11465:1993, *Qualité du sol — Détermination de la teneur pondérale en matière sèche et en eau — Méthode gravimétrique*.

3 Principe

La présente méthode est fondée sur la minéralisation de type Kjeldahl, mais le catalyseur utilisé est le dioxyde de titane (TiO_2), au lieu du sélénium.

NOTE 1 Le dioxyde de titane est moins dangereux pour l'environnement que le sélénium.

4 Réactifs

Tous les réactifs doivent être d'une pureté analytique reconnue. Utiliser une eau de qualité 2, conformément à l'ISO 3696.

4.1 Acide salicylique/acide sulfurique.

Dissoudre 25 g d'acide salicylique dans 1 litre d'acide sulfurique concentré ($\rho = 1,84 \text{ g/cm}^3$).

4.2 Mélange catalytique au sulfate de potassium.

Broyer et mélanger jusqu'à homogénéisation complète 200 g de sulfate de potassium, 6 g de sulfate de cuivre pentahydraté et 6 g de dioxyde de titane ayant la structure cristalline de l'anatase.

4.3 Thiosulfate de sodium pentahydraté.

Réduire les cristaux en poudre afin qu'ils passent à travers un tamis de 0,25 mm d'ouverture de maille.

4.4 Hydroxyde de sodium, $c(\text{NaOH}) = 10 \text{ mol/l}$.

4.5 Solution d'acide borique, $\rho(\text{H}_3\text{BO}_3) = 20 \text{ g/l}$.

4.6 Indicateur coloré.

Dissoudre 0,1 g de vert de bromocrésol et 0,02 g de rouge de méthyle dans 100 ml d'éthanol.

4.7 Acide sulfurique, $c(\text{H}^+) = 0,01 \text{ mol/l}$.

5 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

5.1 Matras ou tubes de minéralisation, de 50 ml, adaptés au dispositif de minéralisation.

5.2 Dispositif de minéralisation.

NOTE 2 Il est possible d'utiliser des tubes à essai en verre, placés dans des orifices percés dans un bloc d'aluminium.

5.3 Appareillage de distillation, de préférence du type Parnas-Wagner.

5.4 Burette, graduée en 0,01 ml ou moins.

6 Prétraitement des échantillons de sol

Les échantillons doivent être préparés conformément à l'ISO 11464.

NOTE 3 Les pertes d'azote peuvent intervenir sur les échantillons à forte teneur d'azote sous forme d'ammonium ou de nitrate. Par conséquent, il convient d'éviter tout séchage excessif (105 °C).

7 Mode opératoire

Placer une prise d'essai d'un échantillon de sol séché à l'air comprise entre 0,2 g (teneur escomptée en azote $\approx 0,5 \%$) et 1 g (teneur escomptée en azote $\approx 0,1 \%$) dans le matras de minéralisation (5.1). Ajouter 4 ml d'acide salicylique/sulfurique (4.1) et agiter le matras jusqu'à ce que la solution d'acide soit bien mélangée au sol. Laisser reposer le mélange au moins quelques heures (ou pendant une nuit). Ajouter 0,5 g de thiosulfate de sodium (4.3) à l'aide d'un entonnoir sec, dont la tige descend dans la partie bombée du matras. Chauffer le mélange avec précaution sur le dispositif de minéralisation (5.2) jusqu'à ce qu'il n'y ait plus de mousse.

Refroidir le matras, ajouter 1,1 g du mélange catalytique (4.2) et chauffer le mélange réactionnel jusqu'à ce qu'il devienne clair. Pour cela, porter doucement à ébullition le mélange pendant un maximum de 5 h de façon que l'acide sulfurique se condense à approximativement 1/3 du col du matras. S'assurer que la température de la solution ne dépasse pas 400 °C.

NOTE 4 Dans la plupart des cas, une période d'ébullition de 2 h est suffisante.

Lorsque le procédé de minéralisation est terminé, laisser refroidir le matras, et ajouter lentement, sous agitation, approximativement 20 ml d'eau. Agiter le matras afin d'amener tout produit insoluble en suspension et transférer son contenu dans l'appareil de distillation (5.3). Rincer trois fois à l'eau pour achever le transfert. Ajouter 5 ml d'acide borique (4.5) dans une fiole conique de 100 ml et placer celle-ci en sortie du condenseur, de manière à ce que son extrémité plonge dans la solution. Ajouter 20 ml d'hydroxyde de sodium (4.4) dans l'entonnoir de l'appareillage et laisser doucement couler la base dans le ballon de distillation. Distiller environ 40 ml de distillat (la quantité nécessaire dépendant des dimensions de l'appareillage), rincer l'extrémité du condenseur, ajouter quelques gouttes d'indicateur coloré (4.6) au distillat et titrer avec de l'acide sulfurique (4.7) jusqu'à virage au violet.

NOTE 5 Un dosage potentiométrique est aussi possible. Il convient que le point de titrage soit à $\text{pH} = 5,0$.

NOTE 6 Si une distillation à la vapeur est utilisée, un rapport de distillation jusqu'à environ 25 ml/min est applicable. Arrêter la distillation lorsque environ 100 ml de distillat ont été collectés.

Effectuer un essai à blanc dans les mêmes conditions, mais sans sol. Noter le volume d'acide sulfurique utilisé pour l'essai à blanc et pour les essais avec des échantillons de sol.

8 Expression des résultats

La teneur totale en azote (w_N), en milligrammes par gramme, est calculée selon la formule suivante:

$$w_N = \frac{(V_1 - V_0) \times c(\text{H}^+) \times M_N}{m} \times \frac{100 + w_{\text{H}_2\text{O}}}{100}$$

où

V_1 est le volume, en millilitres, d'acide sulfurique (4.7) utilisé pour le dosage de l'échantillon [indicateur (4.6)];

V_0 est le volume, en millilitres, d'acide sulfurique (4.7) utilisé dans l'essai à blanc [indicateur (4.6)];

$c(\text{H}^+)$ est la concentration en H^+ de l'acide sulfurique (4.7), en moles par litre [si, par exemple, 0,01 mol/l d'acide sulfurique est utilisé, $c(\text{H}^+) = 0,02 \text{ mol/l}$];

M_N est la masse molaire de l'azote, en grammes par mole (= 14);