**Université Ziane Achour – Djelfa**

**Faculté des Sciences de la Nature et de la Vie**

**Département de Sciences Agronomiques et Vétérinaires**

**Spécialité L3 Sol et Eau**

**A U : 2019/2020**

**TP 4 Azote total de Kjeldahl**  **(COT)**

**Principe :**

- Cette méthode est basée sur la minéralisation de l’échantillon en milieu acide sulfurique en présence de cuivre(II) et d’un catalyseur (oxyde de titane). Dans les conditions de minéralisation, l’azote organique se transforme en ammonium.

- Les ions ammonium sont transformés en ammoniac par passage en milieu alcalin. On entraîne NH3 à la vapeur d’eau et on dose le condensât recueilli par titration acido-basique.

**Minéralisation de l’azote organique (en milieu acide sulfurique) :**

La minéralisation est conduite à ébullition douce en milieu acide sulfurique chargé de sulfate de potassium et en présence de catalyseurs (les plus employés sont le sélénium ou le dioxyde de titane sous forme cristalline anatase mélangés à du sulfate de cuivre. Le sélénium est un métal lourd très toxique qu’il convient aujourd’hui de proscrire. Ces conditions de minéralisation conduisent à l’azote organique et (évidemment) les formes NH4+ sont retrouvées sous forme NH4+ . NO2- et NO3- ne sont que partiellement réduits en NH4+. Leur réduction totale implique un traitement préalable supplémentaire en milieu acide en présence des réducteurs acide salicylique et thiosulfate de sodium ;

* Le carbone organique est retrouvé sous forme de carbone (noir) puis CO2 ;
* L'hydrogène et l'oxygène sont combinés en H2O.

Au cours de la minéralisation, l'acide sulfurique se décompose partiellement en dioxyde et trioxyde de soufre (SO2 et SO3, gaz toxiques irritants). Il y a ainsi apparition de vapeurs blanchâtres très irritantes. La minéralisation est donc conduite avec un appareillage à aspiration puis traitement des vapeurs avant rejet.

**N.B :** L'addition de certains sels comme le sulfate de potassium (K2SO4) permet en fait de favoriser la minéralisation en élevant la température d'ébullition du milieu de minéralisation. Pour information :

Alcalinisation du milieu minéralisé et entraînement à la vapeur de l’ammoniac formé :

NH4+ + OH- → NH3 + H2O……(18)

L'ammoniac (volatil) ainsi formé est entraîné par de la vapeur d'eau (hydrodistillation), les vapeurs, condensées par réfrigération, sont recueillies dans un milieu suffisamment acide.

Le minéralisât est un milieu acide sulfurique concentré. Il est donc nécessaire d'introduire suffisamment de soude pour neutraliser puis alcaliniser et transformer NH4+ en NH3. On peut vérifier que le milieu est bien alcalin en ajoutant quelques gouttes de phénolphtaléine à la soude. Alcaliniser un milieu acide concentré présente des risques. Il convient de ne manipuler que si on a été correctement formé à cette action.

**Dosage de l'ammoniac recueilli :**

L'ammoniac est recueilli dans une quantité connue (via la réalisation d’un témoin) et en excès d’une solution d'un acide fort. La fin de l’entraînement de NH3 est estimée en considérant le volume de distillat recueilli ou la durée de l'opération.

Le reliquat de protons (du à l’excès d’acide fort) est dosé par une solution titrée d’une base forte. L’indicateur coloré de fin de dosage est le rouge de méthyle qui vire à la goutte près à la fin du dosage du reliquat de protons.

**N.B :** Le dosage de cette manière évite de façon élégante tout risque de pertes en ammoniac distillé.