

INSTITUT DE RECHERCHES SCIENTIFIQUES DU CAMEROUN

DETERMINATION DE LA CAPACITE TOTALE D'ECHANGE

DES ARGILES PAR MICROMETHODE

Jean SUSINI

avec l'Aide-Technique de

OSSOMBA Nicolas

Laboratoire de Chimie des Sols de l'I.R.CAM.

I. R. CAM

I. R. CAM

B. P. 193
YAOUNDÉ

P 136

DETERMINATION DE LA CAPACITE TOTALE D'ECHANGE
DES ARGILES PAR MICROMETHODE

Jean SUSINI

avec l'Aide-Technique de
OSSOMBA Nicolas

Laboratoire de Chimie des Sols de l'I.R.CAM.

DETERMINATION DE LA CAPACITE TOTALE D'ECHANGE
DES ARGILES PAR MICROMETHODE

Le principe appliqué est le même que pour la détermination de la capacité totale d'échange des sols : saturation par un sel d'ammonium dosage des Ions NH_4 déplacés.

Mais dans le cas des argiles, des aménagements sont nécessaires du fait que l'on dispose toujours de faibles quantités de matière. Aux méthodes par percolation quelque fois employées (3), mais difficiles de mise en oeuvre nous avons préféré la méthode par centrifugation, présentant l'avantage que toutes les manipulations se font dans un même tube, ce qui écarte tous risques de perte.

Le point faible des microméthodes reste le dosage des NH_4 déplacés il s'agit en effet de déterminer de petites quantités d'élément cela nécessite la mise en oeuvre d'une méthode à la fois sensible, et surtout très reproductible, nous avons laissé de côté **la distillation** préférant un dosage colorimétrique. Nous avons envisagé l'excellent dosage de Lubochinsky et Zalta (5) mais il est trop sensible, et oblige à de fortes dilutions, amenant l'emploi de grands coefficients de multiplication. Nous nous sommes arrêtés au dosage par le réactif de NESSLER ; mais dans ce cas, le dosage ne présente toutes ses qualités que lorsque le milieu ne contient plus que l'élément à doser, pour arriver à ce résultat, le meilleur procédé nous à sembler être l'extraction par la méthode SCHLOESING CONWAY par microdiffusion, à laquelle nous avons amène quelques modifications inspirées des travaux de BLACHERE.(6)

- Réactifs nécessaires

- 1 - Solution d'acétate d'ammonium normal, ajustée à pH 7
(77g par litre de Sel Pur)

2 - Solution de chlorure de Sodium à 10 % dans HCl 0,005 N

3 - Alcool neutre, à 95 %

4 - Réactif de NESSLER, préparé comme suit :

dissoudre ensemble 45 g d'Iodure mercurique et
35 g d'Iodure de Potassium, dans le minimum d'eau.

D'autre part, dissoudre 112 g. de potasse dans environ
500 cc d'H₂O, après refroidissement, mélanger les Iodures
et la solution de Potasse, compléter à 1000 cc.

5 - Solution Etalon de SO₄ (NH₄)₂, pur pour analyse, à 1g,945
litre, soit à 500%. d'NH₃ par cc.

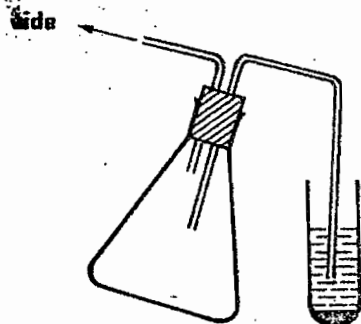
6 - Solution alcaline de CONWAY :

Solution saturée de CO₃K₂ - 3 parties

Solution de potasse à 40 % - 1 partie.

TECHNIQUE :

a) Echange : Une prise d'essai d'argile, de 20 mg. est mise dans un
tube à centrifuger de 25 cm³ de capacité



- ajouter 15 cm³ de solution d'acétate d'ammonium (sol. 1)
- mettre soigneusement l'argile en suspension
- laisser en contact une nuit
- le lendemain, centrifuger et siphonner le liquide clair surnageant en se servant du dispositif fig. 1
- remettre l'argile en suspension dans 5 cm³ d'alcool à 95° (introduire l'alcool avec une pipette dont on dirigera le jet vers le dépôt d'argile)
- centrifuger, et siphonner comme précédemment, faire 3 lavages identiques.

Il est bon de vérifier, si le dernier lavage donne
une réaction avec le réactif de NESSLER.

- Après le dernier siphonnage, introduire 5 cm³ de solution de NaCl à 10 %, mettre l'argile en suspension, laisser en contact une nuit. Ensuite, centrifuger.

b) Extraction : Prélever 1 cm³ et 2 du liquide clair surnageant - les mettre chacun dans un erlenmeyer moyen de 500 cm³ (fig. 2) Puis :

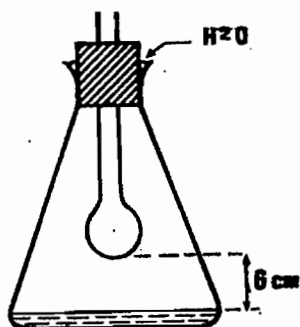


Fig 2

- 4 et 3 cm³ de solution de NaCl à 10 % et 5 cm³ d'eau - (pour faire un volume total de 10 cc)
- Introduire 0,8 cm³ de solution alcaline de CONWAY.

Boucher rapidement avec le dispositif constitué par un bouchon de caoutchouc N° 28, traversé par un tube de verre de 8 mm de ϕ , terminé par une boule de 2 cm. de ϕ .

Avant de boucher, cette boule aura été trempée dans une solution N de SO₄H₂ (veillez à ce que la boule soit suffisamment égouttée pour éviter ultérieurement de perdre une goutte). La solution de SO₄H₂ n'a besoin d'exister que sous forme d'un mince film à la surface de la boule (il peut être utile de laver la boule au mélange sulfo chromique)

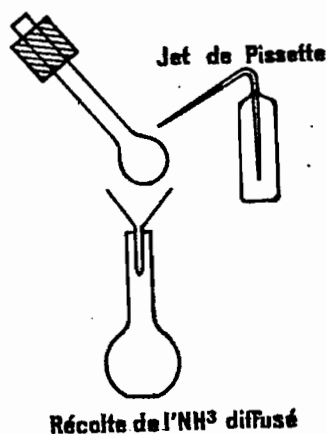


Fig 3

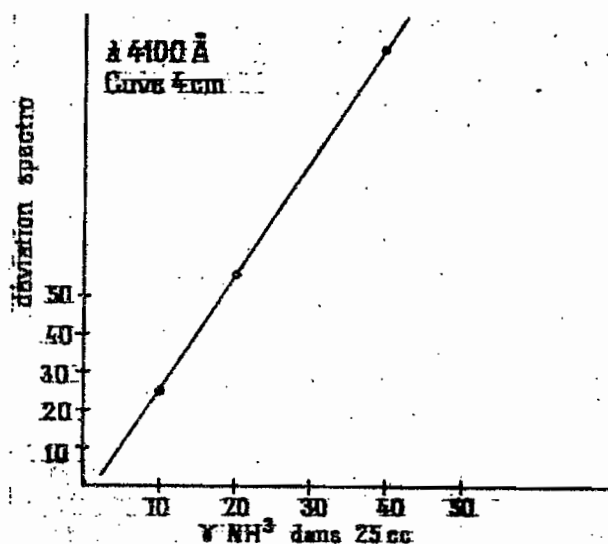
- Améliorer l'herméticité en versant un peu d'eau dans la rigole formée entre le bouchon et les bords de l'erlenmeyer
- Agiter légèrement
- laisser en repos 48 heures (limite de sécurité)
- Après ce temps, ouvrir les Erlen, avec précaution, sortir la boule, en évitant de toucher les parois de la fiole.
- Amener la boule au-dessus d'un petit entonnoir coiffant une fiole jaugée de 25 cm³.

- Entraîner le NH_3 diffusé, fixé par le $\text{SO}_4\text{H}_2 \text{ N}$, par un jet de pissette, rincer bien toutes les parties de la boule. (Fig. 3)

c) Colorimétrie

- Mettre dans la fiole jaugée de 25 cm^3 contenant le rinçat de la boule, 0,8 cm^3 de réactif de NESSLER.
- Compléter à 25 cc. avec de l'eau distillée.
- Mesurer la densité optique, après 10 minutes, avec un spectrophotomètre réglé à 4.100 Å (avec une cuve de 4 cm d'épaisseur).

La courbe étalon construite dans les mêmes conditions, à une pente d'environ 50°, elle s'étend de 60 à 550 de NH_3 dans 25 cc.



Justification de la méthode

Dans le but d'étudier la précision et la reproductibilité de la méthode, nous avons fait 2 séries de déterminations obtenues par micro-diffusion, dans les mêmes conditions que précédemment.

D'une part, nous avons groupé les chiffres relatifs au spectrophotomètre pour suivre les variations de lecture de l'appareil, d'autre part, nous avons déterminé la concentration correspondante en γ , à partir d'une courbe étalon construite sans diffusion.

Nous opérons sur 15 solutions, contenant chacune 19 γ 2 de NH₃.

N°	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15
Déviat. spectro	55,0	55,5	54,5	55	55,5	55,5	56	55	54,5	55	55,2	54,5	54,5	54,2	56,
Ecart par rapport à la moyenne	-0,1	+0,4	-0,6	+0,1	+0,4	-0,4	-0,9	-0,1	-0,6	-0,1	-0,1	-0,1	-0,6	-1,1	+1,

Ce qui donne un écart type de 0,65.

Le chiffre de lecture est vrai, avec 95 % de chances à $55,1 \pm 1,4$.
 Exprimé en gammas de NH₃, une concentration comprise entre 19 γ 6 et 18 γ 6 (pour 19 γ 2 mis) noter en ME % avec une prise de 2 cc., correspondante à 8 mg d'argile, nous avons un résultat compris entre 14,4 et 13,7 ME %.

Nous avons opéré de la même façon avec une prise de 12 γ 8 de NH₃ :

	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15
Déviat. spectro	35,5	36	35	34,5	37	35	36	35,5	36	35,5	36,5	36	35	36,5	35
Ecart par rapport à la moyenne	-0,1	+0,4	0,6	-1,1	+1,4	-0,6	+0,4	-0,4	+0,4	-0,1	+0,9	+0,4	-0,6	+0,9	-0,6

Ce qui donne un écart type de 0,7.

Le chiffre de lecture vraie avec 95 % de chances à $35,6 \pm 1,4$.
 Exprimé en γ de NH₃ (comme précédemment) une concentration comprise entre 12 γ 7 et 12 γ 4 (pour 12 γ 8 mis).

Noter en ME %, avec une prise d'essai de 2 cc, correspondante à 8 mg. d'argile, nous avons un résultat compris entre 9,33 et 9,11.

Déterminations en double sur Argiles (2 extractions)

Les résultats sont en milliéquivalents pour cent.

	BNU 266	BNU 281	BNU 282	BNU 283	BNU 284	KAE 733	KAE 735
1	60	44,4	39,4	40,1	39,7	122,3	78,8
2	60,2	43,5	38,5	40	40,5	120	80,5
Ecart	0,2	0,9	0,9	0,1	0,8	2,3	1,7
Erreur %	0,3	2	2,3	0,2	2	1,9	2,1

Conclusion

Dans ce travail, nous avons avant tout recherché une méthode permettant un travail de grandes séries, mais ayant une précision satisfaisante et une bonne reproductibilité.

Par la séparation des éléments à doser (NH₃), nous sommes ramenés aux conditions "theoriques" de détermination, offrant le plus de sécurité.

Avec des précautions accrues, il serait aisé de pouvoir faire des déterminations sur des prises d'essais très réduites de l'ordre de 1 ou 2 mg.

BIBLIOGRAPHIE SOMMAIRE

- 1) Th. SCHLOESING. Ann. Chim. Phys. 1851 - 31 - 153
- 2) CONWAY - Microdiffusion Analysis and Volumetric Error. 1962
- 3) BLAKEMORE et METSON. Micro-détermination des cations échangeables et de la capacité totale d'échange.
Soil Sc. 1960 - 89 - 4 - 202-208
- 4) MACKENZIE. Microméthode de détermination de la capacité d'échange des argiles - J. COLLOID. Sci. 1951 - 6 - 219-222.
- 5) LUBOCHINSKY et ZALTA. Microdosage colorimétrique de l'Azote ammoniacal. Bull. Sté. Chim. Biol. 1954 - 36, N° 9 - 1363-66
- 6) FERRY et BLACHERE. Ann. de l'I.N.R.A. 1 - 1957 page 111
- 7) B. LANGE. Analyse colorimétrique, DUNOD 1947
- 8) G. CHARLOT. Dosages colorimétriques des éléments minéraux.
2ème édition, MASSON et Cie PARIS
- 9) Colorimetric determination of Nonmétaux (DAVID F. BOLTZ)
Interscience Publishers, Inc, NEW YORK 1958.