

DOSAGE DU SOUFRE TOTAL DANS LES SOLS

Méthode adaptée par B. DABIN, E. GAVINELLI, P. PELLOUX.

I - EXTRACTION
=====PRINCIPE

Le sol est calciné en présence de nitrate de potassium, en milieu acide nitrique. Le soufre est oxydé en sulfate.

Le sulfate est ensuite dissous par l'acide nitrique et l'eau, et dosé par turbidimétrie.

A - REACTIFS

1°) Solution de digestion :

- 100 g. de nitrate de potassium dans 600 ml d'eau distillée,
ajouter 350 ml d'acide nitrique concentré, diluer à 1 l.

2°) Acide nitrique à 25 %

3°) Phosphate monopotassique à 10 %

B - MODE OPERATOIREAttaque

- Peser 5 g. de sol (tamis 0,2 mm), mettre dans une capsule en porcelaine à fond plat de diamètre supérieur 7 cm.
- Ajouter 25 ml de solution de digestion, et évaporer à sec à température moyenne pour éviter les projections (plaques BREWER réglées sur l'index 20).
- Lorsque le contenu de la capsule est presque à sec, pousser le chauffage pour éliminer le maximum d'acide nitrique (sinon il y a un fort dégagement de vapeurs nitreuses au moment de la calcination).
- Placer les capsules dans un four électrique à 500° et maintenir 3 heures. Laisser refroidir les capsules dans le four éteint.
- Après refroidissement ajouter 10 ml d'acide nitrique à 25 %, et laisser digérer 1 heure à température douce (plaques à l'index 10)

- 9 JUIN 1970

O. R. S. T. O. M.

Collection de Référence

Fedo

1°

5489

- Ajouter un peu d'eau distillée au contenu de la capsule et laisser sur la plaque une demi-heure.
- Faire passer le tout dans un bécher de 250 ml, bien rincer la capsule, agiter la suspension 10 mn avec un agitateur magnétique.
- Ajouter dans chaque bécher 10 à 20 cc de la solution de phosphate monopotassique (on commence à ajouter 10 ml et on observe la précipitation des hydroxydes, si celle-ci est insuffisante on rajoute 10 ml).
- Agiter à la main, laisser reposer une nuit.
- Faire passer le tout dans un tube de centrifugeuse de 250 ml, rincer le bécher, centrifuger à 1 000 tours mn.
- Décanter dans le bécher de 250 ml (qui a servi à la précipitation).
- Rincer le culot de centrifugation à l'eau distillée chaude, centrifuger, rajouter au contenu du bécher de 250 ml.
- Mettre à évaporer à l'étuve à 70 °, après évaporation filtrer, s'il y a un précipité, laver à l'eau distillée chaude, recueillir le filtrat dans une fiole jaugée de 100 ml.
- Ajuster à 100 ml avec de l'eau.

II - DOSAGE DE SO_4^{--}

=====

A - REACTIFS

- a) Acide nitrique à 25 %.
- b) Acide acétique phosphorique
 - 900 ml d'acide acétique + 300 ml d'acide phosphorique.
- c) Gomme arabique 0,5 %
 - dissoudre 1 g. de gomme arabique dans 100 ml d'eau distillée chaude,
 - filtrer,
 - diluer à 200 ml avec de l'acide acétique.
- d) Solution de chlorure de baryum
 - 18 g. de chlorure de baryum (BaCl_2) dans 90 ml d'eau distillée chaude,
 - Ajouter 4 ml de la solution de gomme arabique à 0,5 %,
 - Jauger à 100 ml.
- e) Solution mère de sulfate à 2 mg de S par ml,
 - peser 1,088 g. de sulfate de potassium (séché à l'étuve)
 - dissoudre dans 100 ml d'eau distillée.
- f) Solution standard de sulfate à 10 γ de S par ml
 - diluer 5 ml de la solution mère à 1 000 ml.

Gamme étalon

- distribuer dans des fioles de 25 ml :

0 - 1 - 2 - 4 - 5 - 7 - 8 ml de la solution standard à 10 γ
soit 0 -10- 20- 40- 50- 70- 80 γ de S dans 25 ml.

- g) Chlorure de baryum, broyé, passé au tamis 1 mm.

B - MODE OPERATOIRE

Dans des fioles de 25 ml mettre successivement :

- 1) Solution à analyser (17 ml maximum)
 - 2) (Solution a) - 2,5 ml de NO_3H à 25 % (burette de 20 ml)
 - 3) (Solution b) - 2 ml de mélange acétique phosphorique (pipette)
 - 4) -Diluer à 20 ml environ, et agiter
 - 5) (Solution d) - 1 ml de solution de chlorure de baryum (pipette)
 - 6) (Solution f) - 1 ml de solution standard de sulfate à 10 γ ml
(burette de précision)
 - 7) (Réactif g) - 0,2 g. de chlorure de baryum broyé
- 8) agiter 3 fois, poser la fiole
 - 9) agiter 10 fois, repos 5 mn
 - 10) agiter une fois

11) (Solution c) - 1 ml de gomme arabique à 0,5 %

12) -Diluer à 25 ml

13) -Agiter 10 fois, repos 1 h 30,

-Agiter 10 fois à nouveau,

-Verser immédiatement dans une cuve de colorimétrie de $\emptyset = 5$ cm

Sur le photomètre JEAN et CONSTANT,

cellule A - $\lambda = 440$ m μ .

Régler le maximum de la gamme sur 100, et le témoin sur 0
(opérer avec la gamme étalon comme avec les échantillons)

CALCULS

Lecture \rightarrow X γ de S dans la prise V

quantité de S dans 5 g. $X \gamma \times \frac{100}{V}$

dans 1 g. $\frac{X \times 100}{5 V}$ ppm

BIBLIOGRAPHIE

=====

CHAUDRY, I.A., CORNFIELD, A.H. - 1966 - Analyst 91 (1085) 528-530 et

MASSOUMI, A., CORNFIELD, A.H. - 1963 - Analyst 88 , 321-322 et

Bulletin Technique n° 14 (The Sulfur Institute - Washington).