

M. GOUZY

**L'ANALYSE DES SOLS,
EAUX et VÉGÉTAUX AU
CENTRE ORSTOM DE LOMÉ**

TOME I

ORGANISATION DU LABORATOIRE
ANALYSE DES SOLS

OFFICE DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE ET TECHNIQUE OUTRE-MER

CENTRE DE LOMÉ



L'ANALYSE DES SOLS,
EAUX ET VEGETAUX AU
CENTRE C.R.S.T.O.M. DE LOME

TOME I



1e Partie Organisation du Laboratoire

2e Partie Analyse des Sols

TOME II



3e Partie Analyse des Eaux

4e Partie Analyse des Végétaux

5e Partie Méthodes Spéciales pour Traces et Fortes Teneurs

6e Partie Solutions Titrées

La réorganisation du Laboratoire de Lomé a eu pour objectif principal la réalisation d'analyses courantes effectuées en grandes séries.

Dans ce but, le personnel a été spécialisé et le travail réparti de façon à obtenir le rendement maximum, en assurant la précision demandée.

Pour cela des modes opératoires précis ont été établis pour chaque dosage et pour chaque opérateur (c'est pourquoi 3 fiches ont été généralement établies pour chaque dosage : La préparation des Solutions, Le dosage et les calculs étant exécutés par des personnes différentes).

Nous avons réuni dans ce rapport l'ensemble des fiches établies pour nos analyses courantes, (nous y avons ajouté quelques renseignements utiles aux prévisions de travail) -

Dans un petit chapitre nous avons signalé les méthodes utilisées pour certaines analyses non courantes (détermination de teneurs importantes ou de traces)

Enfin nous avons réuni dans le dernier chapitre la préparation et le contrôle des solutions titrées.

M. GOUZY
Lomé - Décembre 1966

-

TABLE ANALYTIQUE
des Matières du Tome I



<u>Ie Partie : Organisation du Laboratoire</u>	1
Généralités	2
I Planification du travail	3
II Normalisation des méthodes	5
III Contrôle des dépenses de matériel courant et produits chimiques - Renouvellement du stock	7
IV Le personnel	9
V Détermination de l'activité du Laboratoire	13
 <u>Ile Partie : Analyse des Sols</u>	 17
Généralités	18
I <u>Préparation des échantillons</u>	25
- méthode de travail	26
- mode de calcul	30
- feuille de préparation des échantillons	31
II <u>Carbone organique (méthode Anne)</u>	32
- préparation des solutions	34
- méthode d'analyse	35
- calcul des analyses	36
- feuille de travail	37
III <u>Azote (méthode de Kjeldahl)</u>	38
- préparation des solutions	40
- méthode d'analyse	41
- calcul des analyses	42
- feuille de travail	43
IV <u>Matières humiques totales et Acides Humiques</u>	44
- préparation des solutions	46
- méthode d'analyse de la matière humique totale	47
- " " des Acides humiques	48

-	calcul des analyses de la matière humique totale	49
-	" " " des Acides humiques et fulviques	50
-	feuille de travail des matières humiques totales	51
-	" " " des Acides humiques	52
V	<u>Complexe Echangeable des Sols non calcaires et non salés</u>	53
	<u>Percolations</u>	
-	préparation des solutions de percolation	56
-	méthode de percolation	57
-	feuille de percolation	58
	<u>Dosage Ca, Mg</u>	
-	préparation des solutions pour le dosage de Ca et Mg	59
-	méthode de dosage complexométrique de Ca	61
-	" " " de Mg	62
-	calcul des analyses de Ca et Mg:	63
-	feuille de travail pour la complexométrie de Ca et Mg ...	64
	<u>Dosage Na, K</u>	
-	méthode d'analyse de Na et K par photométrie	65
-	courbes photométriques de Na et K	67
-	calcul des analyses de Na et K	71
-	feuille de travail pour Na et K	72
	<u>Dosage Cl</u>	
-	préparation des solutions pour méthode de Volhard	73
-	méthode d'analyse pour le Chlore (Volhard)	74
-	calcul de la capacité d'échange	75
-	feuille de travail pour la capacité d'échange	76
VI	<u>Bases échangeables des Sols calcaires ou salés (Sels solubles)</u>	77
a)	par dosage des anions	77
b)	par dosage des cations	79
A -	<u>Dosage des anions = CO³⁻</u> préparation des solutions	81
	méthode d'analyse	82
	calcul des analyses	84
	<u>SO⁴⁻</u> méthode d'analyse	85
	calcul des analyses	86
	<u>Cl⁻</u> calcul des analyses	87

B - <u>Dosage des cations</u> - méthode de percolation	88
- feuille de travail des percolations	90
- Na, K mode de calcul	91
- Na, K feuille de travail	92
- Ca, Mg mode de calcul	93
- Ca, Mg feuille de travail	94
VII - <u>Bases Totales</u>	95
<u>Extraction</u> - méthode d'analyse	97
- feuille de travail	98
<u>Ca, Mg</u> - préparation des Solutions	99
- méthode d'analyse pour Ca	101
- calcul des analyse de Ca	102
- méthode d'analyse pour Mg	103
- calcul des analyses de Mg	104
- feuille de travail pour Ca et Mg	105
<u>Na, K</u> - méthode d'analyse	106
- calcul des analyses	107
- feuille de travail pour Na et K	108
VIII - <u>Fer Total</u>	109
- Volumétrie du bichromate - Généralités	110
- préparation des Solutions	111
- méthode d'analyse	112
- calcul des analyses	113
- feuille de travail	114
- <u>Iodométrie</u> - Généralités	115
- méthode d'analyse	116
- calcul des analyses	117
IX - <u>Fer Libre</u> dosage volumétrique.....	118
- préparation des Solutions	120
- méthode d'analyse	121
- calcul des analyses	123
- feuille de travail	124

dosage colorimétrique	125
- préparation des Solutions	126
- méthode d'analyse	127
- calcul des analyses	128
- feuille de travail	129
X - <u>Fer ferreux</u>	130
Fer ferreux "facilement Soluble"	131
- méthode d'analyse	132
- calcul des analyses	134
- feuille de travail	135
Fer ferreux total par attaque de Derzélius.....	136
- méthode d'analyse	137
Fer ferreux total par méthode de Bilgrami	138
XI - <u>Phosphore total par volumétrie du phosphomolybdate</u>	139
- préparation des Solutions	141
- méthode d'analyse	142
- calcul des analyses	144
- feuille de travail	145
<u>par colorimétrie du bleu de molybdène</u>	146
- préparation des solutions	148
- méthode d'analyse	149
- calcul des analyses	151
- feuille de travail	152
XII - <u>Phosphore Assimilable</u>	153
- préparation des Solutions	155
- méthode d'analyse	156
- calcul des analyses	157
XIII - <u>Analyges Générales</u>	158
- Silice libre et combinée (triacide) méthode d'analyse	165
- Silice totale par fusion alcaline - méthode d'analyse	167
- Silice - feuille de travail	169

- Alumine - préparation des Solutions	170
- méthode d'analyse	171
- calcul des analyses	172
- feuille de travail	173
- Fer Total - calcul des analyses	174
- feuille de travail	175
- Calcium - Magnésium - méthode d'analyse	176
- calcul des analyses	177
- feuille de travail	178
- Titane - méthode d'analyse	179
- calcul des analyse	180
- feuille de travail	182
- Manganèse - méthode d'analyse	183
- calcul des analyses	184
- feuille de travail	185
- Sodium - Potassium - calcul des analyses	186
- feuille de travail	187
- Perte au feu - feuille de travail	188
- Groupage des analyses générales	189
XIV - <u>Calcaire</u>	190
- méthode d'analyse	191
- méthode de calcul	192
- feuille de travail	193
XV - <u>Eau sous ses diverses formes</u>	194
- Eau actuelle	194
- Eau hygroscopique	194
- feuille de travail	195
- Eau de constitution	196
- méthode d'analyse	197
- mode de calcul	199
- feuille de travail	200

XVI - <u>Point de Flétrissement (pF)</u>	201
- méthode de travail pF 3,0 - 2,8 - 2,5	202
- " " " pF 4,2	204
- calculs	205
- feuille de travail	206
XVII - <u>Perméabilité (K)</u>	207
- méthode de travail	209
- calculs.....	210
- feuille de travail	211
XVIII - <u>Indice de Stabilité Structurale (Is)</u>	212
- méthode de travail	213
- calculs	218
- feuille de groupage	219
- feuille de travail	220
XIX - <u>pH eau et KCl</u>	221
- méthode de travail	222
- feuille de travail	223
XX - <u>Granulométrie</u>	224
- préparation des Solutions	227
- méthode d'analyse	228
- tableau des temps de chute pour particules de 5, ^m	231
- " " " " " " " 10, ^m	232
- calcul des analyses	233
- feuille de groupage des analyses	235
- feuille de travail	236
XXI - <u>Extraction d'argile</u>	237
- préparation des Solutions	239
- méthode de travail	240
- feuille de travail	244

XXII - <u>Granulométrie des Sables</u> ⁴⁴ > 50	245
- méthode de travail	247
- mode de calcul	250
- feuille de travail	251

Index Alfabétique des Dosages
décrits dans les Tomes I et II

	<u>TOME</u>	<u>PAGE</u>
(A) Acide chlorhydrique Solutions titrées	II	183
sulfurique	II	181
Alumine - par Complexométrie dans les analyses générales	I	170
- par "Décomplexométrie"	II	149
- en présence de fortes teneurs en Phosphore ..	II	151
- en présence de fortes teneurs en Fer	II	152
- attaque d'échantillons fortement alumineux ..	II	156
Aluminium dans les eaux - dosage colorimétrique -	II	82
Solution titrée	II	194
Ammonium sulfate - Solution titrée	II	186
Analyses générales par attaque triacide ou fusion		
alcaline	I	158
Argent nitrate - Solutions titrées	II	176
Argiles - Extraction	I	237
Azote total dans les Sols	I	38
dans les Végétaux	I	104
 (B) Bases échangeables (Voir à Complexe échangeable) -		
Bases totales - Extraction	I	95
Baryum chlorure - Solution titrée	II	185
Bicarbonates dans les eaux - Gravimétrie	II	24
- Volumétrie	II	29
Bichromate de Potassium - Solutions titrées	II	170
 (C) Calcaire - Détermination au Calcimètre BERNARD	I	190
Calcium - Complexométrie - dans les analyses générales	I	176
- dans les Bases échangeables	I	59
- dans les Bases totales		
(en présence de NH_4^+)	I	99
- dans les Eaux		
(en présence de NH_4^+)	II	53

	<u>TOME</u>	<u>PAGE</u>
(C) Calcium - Complexométrie dans les Végétaux	II	118
----- - Interférence sur dosage photométrique de Na et K ..	I	53
----- - Solutions titrées	II	165
Carbonates dans les Eaux - Gravimétrie	II	24
----- - Volumétrie	II	29
----- dans les Solutions de Bases échangeables - Gravimétrie	I	81
Carbone organique dans les Sols - Méthode ANNE	I	32
Chlore dans les Eaux - Méthode VOLHARD -	II	8
----- dans les Solutions de Capacité d'échange	I	73
----- dans les Solutions de Bases échangeables (Sels solubles)	I	87
Chlorhydrique acide (Voir à Acides)		
Chrome - dosage colorimétrique de traces	II	136
Cobalt - dosage colorimétrique de traces	II	135
Complexe échangeable des Sols non calcaires et non salés.	I	53
----- calcaires et salés - dosage des anions	I	77
----- - dosage des cations ...	I	79
Complexon III - Solutions titrées	II	163
Cuivre - dosage colorimétrique de traces	II	138
Cyanogène (anion) - dosage argentimétrique	II	144
(D) Débits Solides des Eaux	II	94
(E) Eaux - (analyse des)	II	1
----- diverses formes dans les Sols	I	194
----- actuelle	I	194
----- hygroscopique	I	194
----- de Constitution (Méthode du tube de PENFIELD)	I	196
(F) Fer - dans les analyses générales	I	174
----- dans les eaux - Colorimétrie	II	77
----- Volumétrie par le Bichromate de Potassium	I	110
----- Influence de traces de platine dans le dosage Volumé- trique au Bichromate de Potassium	I	109

	<u>TOME</u>	<u>PAGE</u>
(F) Fer - dans les Eaux - Iodométrie	I	115
- Ferreux - Méthodes	I	130
" ; facilement Soluble	I	131
" , par attaque de BERZELIUS	I	136
" , par méthode de BILGRAMI	I	138
- Libre - Méthodes	I	118
" , Extraction	I	121
" , Volumétrie	I	121
" , Colorimétrie	I	125
- Solutions titrées	II	187
Flétrissement (point de)	I	201
(G) Granulométrie des Sols	I	224
des Sables	I	245
(H) Acides Humiques - Séparation et titrage	I	44
Matières Humiques - Extraction au Pyrophosphate et dosage	I	44
Hyposulfite de Sodium - Solutions titrées	II	174
(M) Magnésium - dosage complexométrique dans les Eaux	II	53
Analyses Générales	I	176
Bases échangeables	I	62
Bases totales ...	I	103
Sels Solubles ...	I	93
Végétaux	II	118
Manganèse - dosage colorimétrique dans les Analyses Générales	I	183
Molybdène - dosage colorimétrique de traces	II	140
(N) Nitrates - Colorimétrie dans les Eaux	II	44
- Solution titrée	II	193
Nitrites - Colorimétrie dans les Eaux	II	41
- Solution titrée	II	192
(O) Oxygène dissous dans les Eaux - Méthode de WINCKLER	II	48

	<u>TOME</u>	<u>PAGE</u>
(P) - Perméabilité des Sols	I	207
- Permanganate de Potassium - Solutions titrées	II	172
- pF (Voir Flétrissement) - .		
- pH des Eaux	II	87
- des Sols	I	221
Phosphore dans les Eaux - Colorimétrie	II	36
- dans les Sols - Assimilable - Colorimétrie	I	153
- Total - par Volumétrie	I	139
- " par Colorimétrie	I	146
- dosage de fortes teneurs	II	153
- Solutions titrées	II	191
dans les Végétaux	II	111
- Plomb - dosage colorimétrique de traces	II	148
- Potassium - par photométrie - dans les Analyses Générales ..	I	186
- dans les Eaux	II	62
- dans les Bases échangeables ..	I	65
- dans les Bases totales	I	106
- dans les Sels Solubles	I	88
- dans les Végétaux	II	118
- Solutions titrées pour Photométrie de Flamme ...	II	199
(Q) - Quartz - en présence de Silicates, par attaque phosphorique .	II	157
(R) - Résistivité des Eaux	II	87
(S) - Silice dans les Eaux par Gravimétrie	II	46
- Silice libre et combinée par attaque triacide	I	165
- " totale par fusion alcaline	I	167
dans les échantillons très alumineux	II	156
- Sodium - par Photométrie - dans les Analyses Générales	I	186
- dans les Eaux	II	62
- dans les Bases Echangeables	I	65
- dans les Bases totales	I	106
- dans les Sels solubles	I	88
Solutions titrées	II	196

	<u>TOME</u>	<u>PAGE</u>
(S) - Soude - Solutions titrées	II	196
- Sols (analyse des)	I	17
- Solutions titrées	II	160
- Soufre total dans les Végétaux - Gravimétrie	II	128
- Sulfates dans les Eaux - par Gravimétrie	II	15
- par Complexométrie	II	19
dans les Solutions de Percolations (Sels solubles).	I	85
- Sulfurique (Voir Acide)		-
- Sulfoocyanure d'Ammonium - Solutions titrées	II	178
(T) - TA et TAC des Eaux (V. à Carbonates et Bicarbonates)		-
- Thiocyanate (Voir à Sulfoocyanure)		-
- Thiosulfate (Voir à Hyposulfite)		-
- Titane - Colorimétrie dans les Analyses Générales	I	179
- " dosage de teneurs importantes par réduction-oxydation	II	154
- " Solutions titrées	II	189
- Turbidité des Eaux (Voir à Débits Solides)		-
(V) - Végétaux (l'analyse des)	II	98
(Z) - Zinc - dosage colorimétrique de traces	II	147
Solutions titrées	II	168

Ière PARTIE

ORGANISATION
DU
LABORATOIRE

Le laboratoire du Centre ORSTOM de Lomé est appelé à travailler

- pour les Sections Pédologie et Hydrologie du Centre ORSTOM de Lomé.
- pour les Sections Pédologie, Hydrologie et Phyto-Pathologie du Centre ORSTOM de Cotonou.
- Dans la mesure du temps libre à des études de méthodologie.
- A titre exceptionnel à des analyses diverses ou recherches particulières faites à la demande d'un chercheur du Centre ou d'un organisme extérieur.

Dans les conditions actuelles d'équipement et de personnel le laboratoire peut, compte tenu des éléments habituellement demandés à Lomé, absorber annuellement :

- 1500 échantillons de Sols
- 2000 " d'Eaux
- 300 " de Végétaux

Pour faire face à des travaux aussi divers, nous avons mis sur pied l'organisation suivante :

- I - Planification du travail
- II - Normalisation des méthodes
- III - Contrôle des dépenses de matériel courant et de produits chimiques - renouvellement du stock.
- IV - Personnel
- V - Détermination de l'activité du laboratoire

I - Planification du travail

Chaque employé du laboratoire est nettement spécialisé dans un travail, il lui est attribué de façon bien personnelle ; l'emplacement, les réactifs et le matériel qui lui sont nécessaires.

Néanmoins, en vue de parer à une absence, chacun est capable d'assurer, à titre provisoire, le travail d'un autre agent.

Les postes de travail sont les suivants :

Poste n° 1 - Attaques triacides, fusions alcalines, séparations quartz, silice combinée - préparation et contrôle des solutions titrées.

Poste n° 2 - Carbone sous ses diverses formes.
- Phosphore par précipitation et volumétrie.

Poste n° 3 - Fer sous ses diverses formes.
- Complexométrie de SO_4^{4-}

Poste n° 4 - Complexométrie de Calcium et Magnésium

Poste n° 5 - Azote, SO_4^{4-} par Gravimétrie, Cl^- , Alumine par Complexométrie.

Poste n° 6 - Photométrie de flamme pour Sodium et Potassium
- Colorimétrie (Mn, Ti, P, NO_3^- , NO_2^- , etc...)
- Mesures de pH et de Conductivité

Poste n° 7 - Percolations pour le Complexe Echangeable des Sols
- Extraction des Bases Totales

Poste n° 8 - Stabilité Structurale

- Perméabilité

Poste n° 9 - Granulométrie

Poste n°10 - pF, Humidités, Débits Solides

Poste n°11 - Séparation d'Argiles et Granulométrie des Sables.

Services Annexes

- Préparation et Conservation des échantillons

- Secrétariat et Magasin

- Vaisselle et Entretien

Chaque série d'échantillons fait l'objet d'une fiche qui est intégrée à un tableau général d'avancement du travail où sont notées :

Les analyses - en attente

- en cours

- en contrôle

- terminées

Ceci nous permet, compte tenu des possibilités de chaque poste d'analyse, de répartir le travail journalier et de suivre la marche générale de chaque série.

II - Normalisation des méthodes

Nous avons tâché d'aboutir, quelque soit la nature de l'échantillon et le mode d'attaque utilisé, à des solutions de concentration et de nature les plus proches possibles, afin de pouvoir utiliser les mêmes réactifs et liqueurs titrées -

Les modes **opératoires** sont bien précisés, qu'il s'agisse de :

- la méthode d'analyse
- la préparation des réactifs
- le calcul des résultats

Chaque opérateur possède un exemplaire des modes opératoires qu'il utilise, et doit appliquer de la façon la plus stricte. Les résultats des mesures sont portés sur des feuilles de travail toutes préparées qui sont remises chaque matin - tout cahier ou brouillon est absolument interdit. En fin de journée ces feuilles de travail sont déposées sur le bureau du chef de laboratoire qui les vérifie, et les contrôle. Le lendemain ces feuilles sont remises à un " calculateur " qui effectue les divers calculs selon les normes imposées. Les chiffres calculés sont à nouveau vérifiés puis transcrits sur les bulletins d'analyses. Lorsque les divers chiffres ont été reportés les anomalies sont contrôlées autant qu'il est nécessaire.

Nous pensons que cette méthode de travail permet d'obtenir des chiffres comparables, un rendement meilleur et évite dans une large mesure que le manipulateur soit influencé par la connaissance d'un résultat.

Nous avons réuni dans cette brochure les diverses fiches établies pour chaque sorte de travail effectué au laboratoire de Lomé.

Nous avons indiqué pour chaque dosage

- le principe de la méthode
- la précision maximum que l'on peut en espérer
- la reproductivité {chaque fois ou nous avons eu le temps de faire
un nombre suffisant de mesures pour permettre
le calcul de l'écart-type}
- le nombre de dosage possible pour un opérateur en une journée de travail (telle qu'elle est effectuée à Lomé de 7h à 14h)
- le matériel d'usage courant nécessaire pour effectuer 1000 dosages à la cadence indiquée (les montages, les appareils de mesures ou de chauffages, où le matériel faisant partie de l'équipement courant du laboratoire ne sont pas mentionnés).
- les produits chimiques nécessaires pour la réalisation de 1000 dosages (compte tenu des contrôles éventuels).

(Ces indications de matériel et produits nécessaires nous sont très utiles pour établir nos commandes).

III - Contrôle des dépenses de matériel courant et de produits chimiques - Renouvellement du stock -

En fin d'année chacun des chercheurs pour lesquels travaille le laboratoire nous fournit une prévision des travaux pour l'année à venir et la fréquence d'arrivée des échantillons.

D'après cela nous établissons nos besoins

- en matériel courant nous faisons le total du matériel nécessaire par poste d'analyse et le majorons de 10 %.
- en produits d'après les quantités indiquées pour chaque dosage

Nous répartissons alors nos commandes au cours de l'année en tenant compte de divers facteurs.

- état du stock
- commandes en cours
- fréquence d'arrivée des échantillons
- délai de 3 à 4 mois nécessaire entre le départ de la commande et sa livraison à Lomé.
- exiguité du magasin qui ne nous permet pas de stockage important.

(Il est à noter qu'en 1966 ce dernier souci était tout à fait superflu, nos réserves ont toujours été bien inférieures à la " côte d'alerte ", les crédits nous ayant toujours fait défaut pour avoir un stock de roulement normal).

Produits et matériel sont enfermés dans un magasin d'où ils ne sortent qu'au vu d'un bon signé du chef de laboratoire.

Pour chaque élément une fiche de stock est mise à jour mensuellement, elle indique, en plus des entrées et sorties,

- les noms des fournisseurs habituels avec références et prix.
- les commandes en cours (fournisseur, date, quantité)
- le stock d'alerte correspondant à 4 mois de consommation à partir duquel une commande doit être passée immédiatement. (En principe nous ne devrions pas atteindre ce stock d'alerte et avoir au minimum les réserves correspondant à 6 mois de consommation courante).

Lors de l'établissement du rapport mensuel nous signalons, au regard de chaque sortie du magasin, la position du stock qui rappelle l'urgence d'un réapprovisionnement.

IV - Le personnel

Notre laboratoire étant destiné à fournir un travail de grande série nous avons eu pour souci particulier, le choix et la formation du personnel, ainsi que son information.

Pour cela :

- Nous tâchons de confier à chaque aide-chimiste le poste de travail pour lequel il semble le mieux convenir,
- lors d'un recrutement nouveau, les candidats subissent un examen et des tests nous permettant de juger leurs aptitudes au poste à pourvoir - (Voir en annexe le détail de cet examen).
- afin de bien suivre le travail de chaque aide-chimiste nous lui remettons une méthode d'analyse détaillée pour chaque sorte de dosage et une méthode pour la préparation des solutions courantes qu'il doit utiliser. (Sauf pour les solutions titrées qui sont faites et contrôlées par nous ou par notre adjoint).

En fin de journée les aides-chimistes nous remettent leur dossier contenant les feuilles d'analyses sur lesquelles ils ont travaillé (qu'elles soient terminées ou non). Dans la soirée nous pourrions vérifier soigneusement le travail de chacun, et, suivant le planning en cours, fixer ce qui est à effectuer le lendemain - chaque matin nous voyons chaque agent, (en tête à tête pour ménager les susceptibilités) et faisons la critique du travail de la veille puis, donnons toutes précisions sur le travail du jour (cela est très rapide et nous prend 1/2 heure pour l'ensemble du personnel).

- Pour intéresser tout le monde à la marche du laboratoire, nous organisons, en principe chaque mois (mais souvent tous les 2 mois en raison du peu de temps disponible), une réunion qui comprend : un représentant du laboratoire de Chimie, un représentant du laboratoire de Physique, un secrétaire, le responsable de la préparation des échantillons, et notre adjoint.

- Nous faisons point des résultats du mois écoulé
- Nous parlons du programme de travail du mois à venir
- Chacun apporte ses réflexions, critiques, suggestions sur tous les sujets où il croit avoir quelque chose à dire : travail, discipline, sécurité, aménagements, etc...

Ces réunions nous prennent environ 1h par mois, elles nous permettent de maintenir un climat de bon entretien et de collaboration avec tout le personnel.

- Nous nous étions enfin proposé de faire un cours hebdomadaire (ou bi-mensuel) de perfectionnement professionnel pour bien expliquer des questions très pratiques (balances, fioles jaugées, pipettes, manipulations etc...) mais nous n'avons encore pas eu le temps de commencer, cela reste toujours en projet.

Détail d'un examen en vue du recrutement d'un aide-technique

I - Connaissances de Chimie et Physique

- une question très générale (ex. = l'eau, l'air, etc...)
- un petit problème du niveau du B.E.P.C. (cycle court)
- des conversions d'unités de poids et de volume

II - Tests

- Calcul rapide :

Une feuille comprenant 30 opérations simples toutes faites : additions, soustractions, multiplications (4 chiffres au maximum).

Certaines sont exactes, d'autres sont fausses.

En 30 secondes les candidats sont invités à vérifier le plus grand nombre et porter la mention Bon ou Faux.

- Mémoire

Jeu de Kim portant sur 20 objets examinés durant 30 secondes - 3 minutes sont données pour établir la liste.

- Habileté manuelle

Des bouchons sont en vrac dans une capsule - il s'agit de les placer dans 50 trous ménagés sur un plateau de bois - l'opération dure :

30	secondes	avec	main	droite
30	"	"	"	gauche
30	"	"	2	mains

Un dernier test consiste à transférer les bouchons déposés dans les trous d'un plateau dans les trous d'un deuxième plateau semblable, avec une main, en 30 secondes.

III - Examen du caractère

Au cours d'une brève conversation (10 minutes en tête à tête) nous essayons de nous faire une opinion sur

- le caractère du candidat et en particulier son aptitude à travailler en équipe.
- sa politesse et son éducation
- ses ambitions

Le candidat retenu effectue alors un essai de deux mois.

Après cet essai, et s'il a donné satisfaction, il est engagé avec un classement provisoire.

Le classement définitif n'intervient qu'après six mois de travail.

Depuis un an nous avons, en appliquant cette méthode, recruté 5 aides-techniques.

- quatre ont répondu à nos espérances
- un ne nous a pas donné satisfaction.

V - Détermination de l'activité du laboratoire

Il est assez difficile de chiffrer l'activité d'un laboratoire, surtout lorsque l'on a affaire à des travaux aussi divers que les nôtres.

Pour 1966, nous nous étions contentés de faire le décompte des chiffres fournis - Quelle que soit la difficulté ou la simplicité d'une détermination nous lui avons attribué la valeur 1 par résultat donné - Ce qui ne permet pas d'apprécier l'activité du laboratoire puisque, par exemple, une détermination d'humidité (rendement 40 dosages par jour et par opérateur) est affectée de la même valeur qu'une détermination de Silice combinée (rendement 4 dosages par opérateur et par jour) -

Cette façon de procéder, si elle nous permet de comparer le travail d'un mois à celui d'un autre (les nombres d'éléments demandés étant toujours à peu près dans le même rapport) rend difficile la confrontation avec le rendement d'un autre laboratoire.

A compter du 1er Janvier 1967 nous adopterons une nouvelle façon d'opérer :

Nous affecterons chaque détermination d'une valeur exprimée en " T " (travail), obtenue en totalisant la " Valeur " des opérations nécessaires à cette détermination, d'après le barème suivant :

Préparation des échantillons

- dessiccation d'un échantillon important (≥ 200 g)	0,2
- effritage avec tamisage	1
- réduction	0,5
- lavage et séchage des éléments grossiers	0,5
- broyage à 0,1 mm de 60 g d'échantillon	1
- conditionnement et classement d'un échantillon (flacons, boîtes, sacs, sachets étiquetés etc -)	0,3

Prise d'essai

- prélèvement d'échantillon à granulométrie
hétérogène 0,5 T
- pesée (au 1/2 mg près) avec ajustage du poids 0,5 T
(tarage compris)
- pesée (au 1/2 mg près) sans ajustage du poids 0,4 T
(tarage compris)
- prélèvement d'un volume précis 0,3 T
- pesée (au g près) avec ajustage de poids 0,3 T
- pesée (au g près) sans ajustage de poids 0,2 T

Mise en solution, en suspension

- 1 attaque ou 1 digestion 0,1
- attaque par 2 réactifs successifs, en 2 opérations
nettement différenciées 0,2
- par réactif supplémentaire ou reprise supplémentaire. 0,1
- mise en suspension par agitation mécanique 0,1
(ou par agitation à mains quand la durée est importante)

Séparation liquide / solide

- décantation par siphonnage et récupération d'une phase 0,2
- " " " des deux phases 0,3
- par évaporation de la phase liquide 0,2
- filtration ou centrifugation avec lavage par une solu-
tion..... 0,5
- par lavage avec une solution nettement différente
(pouvant être considérée comme une opération supplé-
mentaire) 0,1

Opérations diverses

- distillation 0,2
- percolation par une solution 0,2
- " par solution supplémentaire 0,1

- évaporation d'une solution à sec ou concentration de volume importante (réduction 1/2 sur volume de 500 cc).....	0,1
- précipitation ou complexion	0,1
- réduction ou peroxydation	0,2
- ajustage d'une solution à pH déterminé	0,2
- ajustage à volume précis	0,2
- calcination	0,1
- développement d'une coloration	0,2

Titrage ou mesure

Titrage volumétrique	0,6
mesure colorimétrique	0,6
- photométrie	0,6
- pH	0,4
- résistivité	0,4

Séparation granulométrique

sur un tamis à sec	0,2
sur plusieurs tamis simultanément	0,3
sur un tamis, humide	0,3

Lorsque ce mode de calcul aura été appliqué durant toute une année nous pourrons, en le rapportant au montant total des dépenses du laboratoire, calculer le prix de revient de chaque dosage.

Rapports d'activité

Chaque jour lorsque les feuilles d'analyses parviennent au calculateur, l'on fait un relevé des dosages effectués (les contrôles et les refaits ne sont pas comptés) - " ces renseignements permettant d'établir facilement le " rapport mensuel d'activité " qui fait apparaître

d'une part : le personnel utilisé

les produits et le matériel employé

d'autre part : les déterminations effectuées par élément
et par demandeur

Nous faisons également la balance entre les échantillons
reçus, et les résultats transmis (exprimés en nombre d'échantillons).

Le rapport mensuel signale également les travaux spéciaux
accomplis durant le mois ainsi que les difficultés de tout ordre
que nous avons pu rencontrer.-

2ème PARTIE

ANALYSES DES SOLS

Les échantillons de sols parviennent au laboratoire accompagnés d'une " Demande d'analyse " établie sur un imprimé de modèle ci-joint où le pédologue indique d'une X les déterminations demandées.

Dans la 1^{re} colonne nous inscrivons un numéro d'ordre - cette numérotation commence à 1 en début de chaque année (afin d'éviter les gros chiffres trop longs à transcrire), elle est précédée de la lettre S (sols) et des deux derniers chiffres de l'année en cours -

Ces feuilles de demandes d'analyses sont classées et forment le registre d'entrée du laboratoire - Nous y noterons par la suite les numéros de bulletins de résultats correspondants -

D'après ces demandes nous établissons les diverses feuilles de travail en commençant par celles de "préparation des échantillons " afin que ce travail puisse être effectué sans tarder.

Les séries de dosages sont établies en tenant compte du débit journalier de chaque poste de travail, soit :

- Préparation des échantillons	20 échant ^{ons} par série
- Granulométries	20
- Stabilité Structurale	10
- Perméabilités	20 (en double)
- pF 4,2	20
" 2,5	12
" 2,8	12
" 3,0	12
- pH	20
- Humidité 105°	20
- C organique	20
- Azote	12
- Matières humiques totales	20
- Acides humiques	20
- Complexe échangeable	20
- Sels solubles	20

- Bases totales	20
- Phosphore total	20
- Phosphore assimilable	16
- Fer total	20
- Fer libre	16
- Fe ⁺⁺ facilement soluble	10
- Calcaire	10
- Analyses générales	10
- Séparation d'argiles	10
- Granulométries de Sables	5

Sur la " feuille d'avancement du travail " les séries sont encadrées, et numérotées dans la colonne " S " - une X verte est marquée dans la colonne " R " lors de la mise en route, une X noire dans la colonne " T " lorsque la série est terminée - les contrôles sont marqués de la même façon, en rouge, dans la colonne " C " -

Des préparations diverses sont faites sur un même échantillon =

- " terre fine " passant au tamis à trous ronds (passoire) de ϕ 2 mm
- " terre pour structure " passant au tamis à mailles carrées de 2 mm
- " terre broyée " passant au tamis de 0,1 mm

Les prises d'essai à opérer sur les échantillons passés à 2 mm sont particulièrement délicates si l'on veut qu'elles soient bien représentatives.

Pour cela nous opérons par réductions successives à l'échantillonneur " Jones " de 1/4 de pouce jusqu'à obtenir une fraction inférieure au double de la prise à effectuer - l'échantillon est ensuite étalé et les prélèvements faits sur toute l'épaisseur de la couche, en suivant les diagonales et les médianes -

Déterminations physiques

sont opérées pour =

pF
pH
Humidité
Granulométrie
Salinité

sur la " terre fine "
passée au tamis à trous ronds
de ϕ 2 mm.

Stabilité Structurale
Perméabilité

sur la " terre fine " passée au
tamis à mailles ~~carrées~~ de 2 mm.

Déterminations chimiques sont opérées

pour =

Complexe échangeable
Phosphore assimilable

sur " la terre fine " passée
au tamis à trous ronds de ϕ 2 mm.

- Fer libre
- Carbone organique
- Azote total
- Matières humiques totales
- Acides humiques
- Séparation des divers formes
d'acides humiques et fulviques
- Bases totales
- Phosphore total
- Fer total
- Calcaire

sur la terre broyée
à 0,1 mm.

- L'analyse générale
(attaque triacide)

sur terre broyée à 0,1 mm
séchée 24h. à 105°

Chaque jour les dosages effectués sont notés sur les bulletins d'analyses - (on établit un bulletin par profil) -

Lorsque toutes les analyses d'un bulletin sont terminées, on lui donne un numéro de sortie et le classe dans un dossier qui constitue le registre de sortie du laboratoire - un double de ce bulletin est remis au demandeur.

Lorsque toutes les analyses d'une série d'échantillons sont terminées les diverses feuilles d'analyses sont réunies dans la feuille d'avancement du travail et classées aux archives - ce qui permet de retrouver rapidement tous les éléments d'un dosage.

Rendement

Dans les conditions actuelles d'équipement et tenant compte des éléments généralement demandés, le laboratoire peut admettre 1500 échantillons de sol par an.

Nature et origine des échantillons

[illegible]

S R C T S R C T S R C T S R C T S R C T S R C T S R C T S R C T S R C

23

S = RESULTATS D'ANALYSES		Demandeur :	
N° Labo S-6...		N° Labo S-6...	
Réf. d'Ech- ^{ons}		Réf. d'Ech ^{ons}	
Granulométrie (en % du poids de sol séché à l'air)	Humidité 105 ^a	Complexe Echangeable en meq/100 g	Ca
	Refus 2 mm		Mg
	Argile < 2 μ		K
	Lim. fin 2 à 20 μ		Na
	Lim. gros 20-50 μ		S
	Sable fin 50-200 μ		T
	" gros 200-2000 μ		S/T
			Ca
			Mg
			K
Granulométrie des Sables 50 Teneurs = % du total des Sables séchés. à 105 ^a	> 1600 μ	Bases Totales (attaque NO ₃ H) meq/100 g	Na
	> 1250 μ		
	> 1000 μ		
	> 800 μ		
	> 500 μ		
	> 400 μ		
	> 315 μ		
	> 250 μ		
	> 200 μ		
	> 100 μ		
> 50 μ			
Struct. et Caracté- ristiques Hydriques	Instabilité Is.	Analyse complète en % sur Sol séché à 105 ^a C	Résidu quartzeux
	Perméab. K cm/h		SiO ₂ combinée
	Poids spécif. réel		Al ₂ O ₃
	" " apparent		Fe ₂ O ₃
	Porosité %		TiO ₂
	pF 2.5		CaO
	2.8		MgO
	3.0		Na ₂ O
	4.2		K ₂ O
			P ₂ O ₅
Mat. Organ. %	Mat. Organ. en C	MnO	Perte au feu
	C Organ. en C		Total
	Azote en N		
	C/N		
	Mat. Hum. Tot.		
	Acides Hum.		
Sels Solubles en meq./100 g de sol	Ca	pH sur Sol	Eau
	Mg		Séché KCl
	K		Eau
	Na		Frais KCl
		CO ₃ total %	
		Eau actuelle %	
Lomé, le			
Le Chef de Laboratoire,			
Teneurs exprimées par rapport au sol séché à 105 ^a C - Séché à l'air.			

ANALYSE DES SOLS

I

Préparation des échantillons

C'est l'opération essentielle un soin tout particulier lui est apporté -

Dans la préparation des échantillons de sol la partie la plus importante, et la plus délicate, est la séparation de la "terre fine" des éléments grossiers il est nécessaire d'automatiser entièrement ce travail mais le manque de crédits ne nous a pas encore permis l'équipement souhaitable.

- Le séchage est réalisé dans une étuve à infra-rouge réglée de façon telle que la température soit de 50° dans la zone la plus chaude et de 44° dans la zone la moins chaude.
- La séparation de la terre fine des graviers est obtenue par émiettage à la main puis écrasage au mortier de porcelaine (en veillant à ne pas broyer les débris rocheux ni la terre fine) - et séparation sur passoire à trous ronds de 2 mm de diamètre (module 33 AFNOR)
- Le broyage est réalisé grâce à un broyeur "Pulvérisette" à garniture d'agate qui n'est pas l'appareil idéal pour ce genre de travail - L'on pourrait craindre une usure rapide du racleur - En fait un contrôle effectué après broyage de 27 kg de terre (soit 457 échantillons) a permis de constater une usure du racleur de 5,58 soit une augmentation de "matière organique" de l'échantillon de 0,207 % -
- Le tamisage est opéré par un appareil qui donne satisfaction -
- Les pesées sont effectuées sur un trébuchet Sauter de portée 1 kg et qui permet d'apprécier 50 mg.

Rendement faible à cause des précautions requises par les diverses opérations, (5 préparations complètes par jour et par homme) - mais suffisant pour le débit du laboratoire -

METHODE DE TRAVAIL	S O L S
	Préparation des Echantillons

I - Séchage des échantillons

A) Si la détermination d'"Eau actuelle" est demandée

- peser le sac tel qu'il est dès son arrivée, sur la balance Roberval, en plaçant sur le plateau des poids un sac vide du même modèle -
- faire sécher de la manière décrite dans le paragraphe suivant :
- après séchage et remise dans le sac, peser à nouveau en mettant toujours un sac vide sur le plateau des poids -
- noter le résultat de ces pesées dans les colonnes "Eau actuelle", poids humide et poids sec" de la feuille de préparation des échantillons -

B) Si la détermination d'"Eau actuelle" n'est pas demandée

- couvrir le fond d'un plateau d'une feuille de papier sur laquelle on inscrit le n° de l'échantillon -
- vider la totalité de l'échantillon dans le plateau, mettre l'étiquette au fond -
- retourner le sac en plastique à l'envers, le plier en accordéon et le mettre dans le plateau, sur le côté -
- placer le plateau dans l'étuve à infra-rouges jusqu'à séchage complet (généralement 24h, parfois davantage) -
- le séchage est complet lorsque la terre s'effrite bien entre les doigts, sans coller ni former de boules -
- retourner à nouveau le sac, y remettre la totalité de l'échantillon, puis l'étiquette placée de façon telle qu'elle soit lisible de l'extérieur -

II - Séparation de la terre fine "sur passoire à trous ronds"

- préparer pour chaque échantillon :
 - une boîte en carton pour terre fine
 - un sachet de papier pour terre broyée
 - 2 étiquettes de carton

Le tout marqué au n° laboratoire

Ce marquage est fait en rouge pour les échantillons du Togo et en noir pour ceux du Dahomey.

- peser la totalité de l'échantillon avec son sac sur la balance Roberval en mettant sur le plateau des poids un sac d'échantillon vide - noter ce poids dans la colonne "Poids sec" de la feuille d'échantillonnage -
- prendre une passoire à trous ronds de 2 mm (module 33 AFNOR) avec fond et couvercle -

- placer une petite quantité d'échantillon (2 poignées environ) sur la passoire, couvrir et agiter 2 minutes -
- enlever le couvercle, émietter les mottes de terre entre les doigts - de temps à autre couvrir la passoire et agiter deux minutes.
- lorsqu'il n'est plus possible d'émietter à la main passer ce qui reste sur la passoire dans le mortier de porcelaine, passer ce qui est dans la boîte sous la passoire dans un plateau -
- mettre sur la passoire une nouvelle quantité d'échantillon et recommencer de la même façon -
- lorsque tout le contenu du sac a été ainsi traité (laisser dans le sac vide l'étiquette du pédologue) =
- écraser doucement, sans taper ni appuyer trop fort, le contenu du mortier avec un pilon en porcelaine -
- toutes les 2 minutes passer tout le contenu du mortier sur la passoire, agiter une minute, repasser dans le mortier et recommencer l'écrasage -
- lorsque le mortier ne contient plus que des graviers ou des morceaux de roches, passer le restant du dernier tamisage dans le sac de plastique contenant l'étiquette du pédologue - ce sont les "éléments grossiers" qui seront traités ultérieurement -
- l'ensemble de la terre fine réunie dans le plateau est soigneusement mélangée, puis mise dans la boîte en carton -
- Si la quantité de terre est trop grande pour entrer dans la boîte en carton -
 - passer la totalité de l'échantillon au séparateur Jones de 1/2 pouce -
 - la moitié de la terre est mise dans la boîte en carton, l'autre moitié dans un sac marqué "surplus" et portant deux étiquettes (n° laboratoire) l'une extérieure, l'autre l'intérieure - noter sur la feuille d'échantillonnage "surplus" dans la colonne "observations" -
- Si après passage au séparateur Jones la quantité d'échantillon est encore trop importante
 - opérer une 2e séparation de la même façon sur une moitié de l'échantillon - on prendra une partie de la nouvelle séparation pour la boîte en carton, l'autre sera ajoutée au sac de surplus,
- Si après passage au séparateur Jones la quantité d'échantillon n'est pas assez importante
 - mettre dans la boîte une moitié et passer à nouveau la 2e moitié au séparateur après cette opération une partie est ajoutée à l'échantillon déjà dans la boîte, et soigneusement mélangée avec - l'autre partie va dans le sac de "surplus" -

III - Traitement des "Eléments grossiers"

- placer les éléments grossiers sur une passoire à trous ronds de 2 mm (module 33 AFNOR) - les laver sous un courant d'eau afin de débarrasser les grains de la pellicule de terre pouvant encore adhérer à leur surface - jeter les débris organiques (racines, bouts de branches, feuilles) pouvant rester (s'il y en avait une quantité importante il faudrait les conserver et prévenir le chef de laboratoire) - placer ensuite les éléments grossiers lavés dans un plateau avec leur étiquette et leur sac - sécher à l'étuve à infra-rouges.

Quand ils sont bien secs les peser sur la balance "Sauter" (ou sur la balance Roberval s'il y en a plus de 1 kg) - noter leur poids dans la colonne "Refus, poids" de la "Feuille de préparation des échantillons" - les éléments grossiers sont remis dans leur sac avec l'étiquette du pédologue placée de façon telle qu'elle soit lisible de l'extérieur -

IV - Préparation de la terre broyée

- passer la totalité de la terre fine contenue dans la boîte de carton sur l'échantillonneur Jones (petit modèle) -

La moitié de l'échantillon séparé est remise dans la boîte, l'autre moitié est à nouveau séparée -

On répète l'opération jusqu'à obtenir moins de 100 g dans un godet. (il faut généralement 3 ou 4 opération pour arriver à ce résultat) -

- Sur cet échantillon réduit peser le "poids à broyer" indiqué sur la feuille d'analyse, sur la balance Sauter, à 1 g près - le restant est remis dans la boîte - l'une des deux étiquettes contenues dans la boîte est mise dans le plateau ou a été pesé le prélèvement, l'autre est remise dans la boîte, le sachet de papier est conservé - La boîte est classée -
- préparer un tamis de 0,1 mm (module 21 AFNOR) avec fond et couvercle -
- placer le prélèvement dessus et tamiser 5 minutes à la machine -
- le refus est mis dans le bol du broyeur et l'on broie 20 minutes -
- après ce temps de broyage tamiser à nouveau 5 minutes -
- si tout l'échantillon n'est pas passé à travers le tamis, broyer le refus à la main au mortier de porcelaine, jusqu'à ce que tout passe à travers le tamis, il ne doit rester absolument aucun refus -
- l'échantillon broyé est soigneusement mélangé, puis est mis, avec son étiquette dans le sachet en papier, et classé -

V - Préparation "SS trous carrés"

- ces échantillons sont remis par le pédologue
- tamiser et écraser comme il a été expliqué en II, mais en utilisant un tamis à maille carrée de 2 mm (module 34 AFNOR) -
- les éléments grossiers ne sont pas conservés
- la terre fine obtenue est remplacée dans son sachet de plastique avec une 2e étiquette portant le numéro laboratoire, et remis à la section de Physique -

VI - Conservation des échantillons

Les éléments grossiers d'une même série d'échantillons sont réunis dans une caisse étiquetée au n° de la série et celle-ci est portée au service pédologique -

Les boîtes de terre fine sont classées sur les étagères suivant leur numéro - lorsqu'elles sont demandées par un laboratoire noter sur la "feuille journalière de mouvement des échantillons" le n°, le nom du demandeur, mentionner ensuite son retour -

Les sachets de terre broyée sont provisoirement classés sur une étagère, suivant leur numéro -

Lorsque ces échantillons sont demandés par le laboratoire noter sur la feuille de mouvement des échantillons comme expliqué ci-dessus.

Lorsque la série d'analyses est terminée, les sachets de terre sont placés dans les boîtes de terre fine du n° correspondant.

MODE DE CALCUL	S O L S
	Préparation des Echantillons

Eau actuelle

Poids humide en g - Poids sec en g = $\neq$ en g

$$\frac{\neq \text{ en g } \times 100}{\text{Poids sec en g}} = \text{Eau actuelle } \%$$

Refus 2 mm

$$\frac{\text{Poids de refus en g } \times 100}{\text{Poids sec en g}} = \text{Refus } \%$$

S.M.- 68/

PREPARATION DES ECHANTILLONS

De mandeur :

Origine : Dahomey Reçu le :

Nbre d'échant.	Comment le :

le :

[illegible]

ANALYSE DES SOLS

II

Carbone Organique (Méthode Anne)

Principe

- oxydation sulfo-chromique à chaud par une quantité de bichromate exactement connue.
- l'attaque est conduite sous réfrigérant à reflux pour éviter la concentration de l'acide sulfurique et éviter sa dissociation en SO_3 qui serait oxydant.
- l'excès de bichromate est ensuite dosé par une solution de fer ferreux (sel de mohl) environ N/20 en utilisant la diphenylamine comme indicateur de fin de réaction - on opère en présence de NaF qui complexe les ions ferriques afin de n'être pas gêné pour leur couleur jaune orangé.
- le titre de la solution de fer ferreux est vérifié chaque jour avec Cr^{2+} N/10 -

Précision

L'importance des prises d'essais est fixée en fonction de la teneur présumée (d'après la teinte plus ou moins noirâtre du sol). Cette prise d'essai est choisie de façon telle que la proportion de bichromate réduit soit comprise entre 10 et 70% du réactif mis en oeuvre.

La précision est de $\pm 0,25 \text{ } \%$ de C -

Rendement

Avec l'installation que nous possédons, un opérateur peut effectuer 25 dosages/jour.

Produits et matériel nécessaires pour 1000 dosages à cette cadence

Produits

1 Kg	Bichromate de Potassium RP
1,500 Kg	Sel de mohl RP
33 Kg	Acide sulfurique RP
2 Kg	Fluorure de Sodium RP
1 g	Diphenylamine
0,1 g	Diphenylamine sulfonate de Baryum
1 l.	Solution titrée N/10 de Bichromate de Potassium
2	Charges de butane

Matériel

- 5 Réfrigérants à boules (rodage normalisé 29/32)
- 5 Becs Mecker
- 30 Erlen de 250 cc à col rodé (rodage normalisé 29/32)
 - 1 Burette automatique de 20 cc
 - 2 Burettes de précision de 25 cc
- 30 Ballons jaugés de 250 cc
- 30 Bechers de 500 cc forme haute
- 10 Barreaux magnétiques 25 x 4 mm
 - 1 Pipette de 50 cc
 - 1 Eprouvette de 20 cc

PREPARATION DES SOLUTIONS	ANALYSE DES SOLS
	Carbone Organique

- Sel de Mohr 0,2 N

78,5 g de Sulfate ferreux et d'ammonium (Sel de Mohr) sont pesés dans un becher de 1 litre - ajouter 40 cc d'acide sulfurique pur, 500 cc d'eau - agiter pour dissoudre - (il est préférable de ne pas chauffer) - passer en ballon jaugé de 1 litre et compléter le volume avec de l'eau -

Conserver en flacon de verre jaune.

- Bichromate de Potasse à 8 ‰

- Faire sécher du Bichromate de Potasse 24h. à l'étuve.
- Peser très exactement 80 g et les faire dissoudre dans 1 litre d'eau (opération longue, à faire à chaud).

- Diphenylamine

- Peser 0,5 g de Diphenylamine dans un becher de 250 - ajouter 100 cc d'acide sulfurique concentré - faire dissoudre - ajouter ensuite 20 cc d'eau à conserver dans un flacon jaune. -

METHODE D'ANALYSE	ANALYSE DES SOLS
	Carbone Organique

- Peser de 1 à 5 g de sol broyé dans un erlen de 250 cc à col rodé -
- Ajouter 10 cc de Bichromate de Potasse à 8% exactement mesurés à la burette - Attention, faire cette mesure avec une grande précision.
- Ajouter 15 cc d'acide sulfurique concentré -
- Déposer une goutte d'acide sulfurique sur le rodage du col de l'erlen qui ne doit être jamais graissé.
- Placer sous réfrigérant ascendant
- Porter à ébullition et y maintenir 5 minutes (utiliser la minuterie pour être certain de la durée d'attaque).
- Laisser refroidir
- Rincer le réfrigérant et les parois de l'erlen d'un jet de pissette.
- Passer en ballon jaugé de 250 cc
- Laisser bien refroidir
- Compléter le volume avec de l'eau
- Bien agiter
- Prélever 50 cc dans un becher de 500 cc
- Diluer à 200 cc environ
- Ajouter une mesure de Fluorure de Sodium (1^g,5 environ)
- Ajouter 3 gouttes de solution de Diphenylamine.
- Titrer avec le sel de Mohr 0,2 N jusqu'à virage du bleu foncé au bleu vert.
- Essai à blanc à effectuer chaque jour -
Prendre 10 cc de Bichromate de Potasse à 8% - passer dans un ballon jaugé de 250 cc - ajouter 15 cc d'acide sulfurique concentré - diluer avec eau jusqu'au trait de jauge.
Bien agiter - prélever 50 cc dans un becher de 500 cc et opérer le dosage comme il est décrit ci-dessus.
- Titrage du Sel de Mohr à effectuer chaque jour -
 - Préparer un erlen de 250 contenant
 - 100 cc d'eau
 - 25 cc de mélange sulfo-phosphorique
(Voir préparation au dosage du Fe total)
 - 6 gouttes de diphenylamine sulfonate de Baryum
(Voir préparation au dosage du Fe total)
- Remplir une burette de Bichromate de Potassium N/10
- Pipeter 10 cc de Sel de Mohr et les placer dans l'erlen
- Titrer aussitôt avec le Bichromate jusqu'à apparition d'une teinte violette persistante -
- Sur la feuille d'analyse noter
 - La prise d'essai en g.
 - La quantité en Cm³ de Bichromate mis à l'attaque (10 cc en général)
 - Le volume du prélèvement pour dosage
 - La quantité de Sel de Mohr versé
 - Les mêmes renseignements sur le titrage du Sel de Mohr et le blanc.

CALCUL DES ANALYSES

ANALYSE DES SOLS

Carbone Organique

I - Titre du Sel de Mohr

$$0,3075 \times \frac{n^{\text{cc}} \text{ bichromate N/10}}{n^{\text{cc}} \text{ Sel de Mohr}} = \text{titre C}$$

II - Bichromate Consommé

$$\frac{(n^{\text{cc}} \text{ Sel de Mohr pur Essai-blanc} - n^{\text{cc}} \text{ Sel de Mohr pur éch}^{\text{on}}) \times \text{Vol. Sol}^{\text{en cc}}}{\text{Volume du prélèvement en cc}}$$

III - Carbone Organique

$$\frac{\text{Bichromate Consommé} \times \text{titre C}}{\text{P. E. en g}} = \text{C } \text{‰‰}$$

IV - Matière Organique

$$\text{C } \text{‰‰} \times 1,724 = \text{Mat. Organ. } \text{‰‰}$$

S.M. 7

--++--++--++--++--++--++--++--++--

CARBONE ORGANIQUE

Opérateur :

Commencé le :

Terminé le :

Nature et origine des échantillons

Demandeur:

Nbre d'échant.

Série :

N°	N°	Prise	Volume	Volume	Préle-	Sel de	Cr ² O ⁷ K ²	C %/oo	Nat.
Labo	d'	d'essai	Cr ² O ⁷ K ²	Sol on -	vement	Naohr			organ.
	ordre		8%	cc	cc	versé	Consommé		%

Titration Sel de Mohr →

ANALYSE DES SOLS

III

A z o t e (Méthode de Kjeldahl)

Principe

L'azote des composés minéraux et organiques est transformée en sulfate d'ammoniaque au cours d'une attaque oxydante à l'acide sulfurique et en présence d'un catalyseur au sélénium - Cuivre (le Se permet une attaque plus rapide que Hg).

On ajoute du sulfate de Potasse qui permet d'obtenir une température d'attaque plus élevée.

L'ammoniaque du sulfate ainsi obtenu est ensuite déplacée par distillation en présence d'un excès de lessive alcaline, recueilli dans une solution d'acide borique et finalement titré par acidimétrie en présence de réactif de Tashiro (mélange de Vert de Bromocresol et Rouge de Méthyle) qui donne un virage très net du Vert au Rouge Violacé.

Précision $\pm 0,1 \text{ ‰}$

Rendement - Notre équipement ne permet pas à un opérateur de faire plus de 12 dosages par jour mais il serait possible de doubler ce chiffre avec une installation plus importante -

Produits et matériel nécessaires pour 1000 dosages à cette cadence -

Produits

2 ^{Kg} 500	Sulfate de Potassium	RP
250 g	Sulfate de Cuivre	RP
125 g	Sélénium en poudre	RP
60 Kg	Soude en pastilles	RP
6 Kg	Acide Borique	
40 Kg	Acide sulfurique	RP pour toxicologie
0,5 g	Vert de Bromocresol	
0,5 g	Rouge de Méthyle	
0 ^l 250	Alcool éthylique	
25 ^l	Solution titrée d'acide sulfurique	N/50
2 ^l 5	Solution titrée de Sulfate d'Ammonium	N/10
30	Charges de butane	

Matériel

- 36 Matras de 150 cc
- 24 Entonnoirs $\varnothing$ 50 mm à longue douille
- 20 Ballons 1^l fond rond
- 8 Toiles amiantées
- 20 Fioles cylindro-coniques de 250 cc
- 10 Barreaux aimantés de 25 x 4 mm
- 1 Pipette "précision" de 10 cc
- 1 Burette "précision" à 0 automatique de 25 cc
- 1 Rampe d'attaque à 12 postes
- 12 Becs de gaz
- 1 Appareil à distillation de 4 postes
 - comprenant : 4 ampoules à robinet de 125 cc
 - 4 raccords en T
 - 4 réfrigérants à boules
 - 4 tubes à distiller de Kjeldhal
 - 4 allonges de Kjeldhal
 - 4 becs de gaz

PREPARATION DES REACTIFS	ANALYSE DES SOLS
	Azote Total

- Catalyseur

Peser dans un mortier =

{ Sulfate de Potassium	900 g
{ Sulfate de Cuivre	90 g
{ Sélénium	45 g

Broyer finement au mortier en bien mélangeant -

- Soude 12 N

Peser 2,500 Kg de Soude pure en pastilles dans deux bechers de 5^l. -
 ,placer les bechers dans un bain refroidisseur, ajouter de l'eau en agitant
 continuellement, verser 2 litres d'eau dans chaque becher - quand la
 solution est bien refroidie la mesurer avec une éprouvette de 1 litre en
 la versant dans un flacon de verre de 6 litres fermé par un bouchon de
 caoutchouc ou de plastique, ajouter la quantité d'eau nécessaire pour
 compléter le volume à 5 litres -

- Acide borique

Peser 200 g d'acide borique, le dissoudre dans 5 litres d'eau chaude -

- Indicateur de Virage

Mélanger 60 cc de Solution alcoolique à 0,1 % de Vert de Bromocresol et
 20 cc de Rouge de Méthyle à 0,2 % dans l'alcool.

- Acide sulfurique N/50

- Sulfate d'Ammonium N/10

{ Voir à "Solutions titrées"

METHODE D'ANALYSE	S	O	L	S
	AZOTE Méthode Kjeldhal			

I - Attaque

- Peser 5 g de Sol broyé dans un matras de 150 cc
- Ajouter 2,5 g de catalyseur et 6 billes de verre
- Bien agiter pour mélanger le Sol et le catalyseur
- Ajouter ensuite 20 cc d'acide sulfurique RP "pour toxicologie" - bien agiter pour que la partie solide soit régulièrement mouillée -
- Boucher le col du matras avec un petit entonnoir à longue douille -
- Chauffer lentement pendant 1/2 h. sur bain sable
- Augmenter ensuite le chauffage au maximum mais en évitant que les vapeurs blanches sulfuriques atteignent le haut du col du matras -
- Maintenir l'attaque jusqu'à ce que le résidu soit parfaitement blanc (en général 3h.) - quand ce résultat est atteint chauffer encore pendant 1/2 h. -
- Laisser refroidir
- Avec chaque série de dosages faire un témoin en plaçant dans un matras 10 cc de Sulfate d'ammonium N/10 exactement mesurés, catalyseur et acide comme dans les échantillons -

II - Déplacement

- Retirer l'entonnoir du col du matras après l'avoir rincé d'un jet de pissette.
- Rincer les parois du matras et agiter pour diluer la solution d'attaque
- Transvaser l'ensemble dans le ballon à distiller que l'on place sur son support.
- Bien fixer le bouchon avec la tubulure de départ -
- Placer sous le tube de dégagement une fiole cylindro-conique où l'on a introduit 25 cc d'acide borique.
- Placer dans le réservoir de chaque appareil 100 cc de Soude ~12 N -
- Vérifier que le tube à dégagement plonge de 1 cm environ dans l'acide borique.
- Mettre en route la circulation d'eau des réfrigérants
- Introduire lentement la Soude 12 N dans l'appareil - fermer le robinet alors qu'il reste encore 1 cm de liquide au-dessus -
- Mettre en route le chauffage et distiller jusqu'à avoir dans la fiole cylindro-conique environ 100 cc de liquide
- On a placé sous la fiole où est reçu le distillat plusieurs cales en bois de 1 cm d'épaisseur chacune - à mesure que la distillation se poursuit on retire ces cales une à une de façon que l'extrémité du tube à dégagement plonge toujours de 1 cm environ dans le liquide distillé -

III - Dosage

- Ajouter 4 gouttes d'indicateur de virage et titrer avec acide sulfurique N/50 jusqu'à virage du vert au rouge -

S.M.- 4

CALCUL DES ANALYSES

ANALYSE DES SOLS

A Z O T E

- Si on a utilisé l'Acide sulfurique N/50

$$N = \frac{n^{cc} \times 0,280}{P.E. \text{ en g.}} = N \text{ } \circ/\circ\circ$$

- Si on a utilisé l'acide sulfurique N/10

$$N = \frac{n^{cc} \times 1,40}{P.E. \text{ en g.}} = N \text{ } \circ/\circ\circ$$

A Z O T E

Opérateur :

Commencé le :

Terminé le :

ORIGINE

Relevé

d'activité

Transcrit le

Nbre d'échant.

Série :

Togo

Dahomey

N°

N°

Prise

Volume

N

Dates

Labo.
S-6

d'ordre

d'essai

SO₄H₂N/50

°/°°

Pesée

Attaque

Dosage

Observations

Témoin

ANALYSE DES SOLS

IV

Matières Humiques Totales et Acides Humiques

Principe

Les matières humiques de sol sont extraites par le pyrophosphate de Sodium -

La solution est séparée par centrifugation

- **Sur** une aliquote la matière humique totale est oxydée par une solution de Bichromate de Potassium dont on titre ensuite l'excès.
- Sur une 2e aliquote les acides humiques sont précipités à l'acide sulfurique -
Le précipité est redissous et dosé comme précédemment par oxydation au Bichromate de Potassium -
- Les acides fulviques représentent la différence entre les deux dosages.
- Tous les résultats sont exprimés en C ‰

Précision $\pm 0,25$ ‰ de C

Rendement

Par moyenne et par jour, pour un opérateur 10 dosages de matières humiques totales et 10 dosages d'acides humiques

Produits et matériel nécessaires pour 1000 dosages à cette cadence

Produits

Pyrophosphate de Sodium Hydraté RP	2,600 Kg
Sulfate de Soude ($10H^2O$) RP	1,700 Kg
Bichromate de Potassium RP	0,500 Kg
Acide sulfurique RP	30 Kg
Sel de Mohr RP	3 Kg
Soude en pastilles RP	50 g
Diphenylamine	1,5
Filtres sans cendres bande bleue	1100

Matériel

- 40 Ballons jaugés de 50 cc
- 60 Tubes à centrifuger de 100 cc avec bouchons
- 9 Portoirs (pour 8 tubes à centrifuger chacun)
- 20 Entonnoirs ϕ 70 mm
- 60 Erlenmeyer de 250 cc à cols rodés
- 1 Doseur "Héron" de 2 x 2,5 cc (tout verre)
- 1 Doseur "Héron" de 2 x 10 cc (tout verre)
- 1 Burette à 0 automatique de 20 cc
- 1 Pipette de 10 cc
- 2 " de 25 cc
- 1 " de 5 cc

- Sel de Mohr 0,2 N

392,5 g de Sulfate ferreux et d'Ammonium (Sel de Mohr) sont pesés dans un becher de 1^{l.} - ajouter 40 cc d'acide sulfurique pur, 500 cc d'eau - agiter pour dissoudre - (il est préférable de ne pas chauffer) - passer en ballon jaugé de 1^{l.} et compléter le volume avec de l'eau.

Conserver en flacon de verre jaune

- Pyrophosphate de Sodium 0,1 M -

Peser 223^g,0 de $P^{2O}_7Na^4$, 10H²O dans un becher de 600 cc - Faire dissoudre à l'eau - passer en ballon jaugé de 1^{l.} et compléter avec de l'eau distillée - passer le tout dans un flacon de 6^{l.} et ajouter 4^{l.} d'eau - Bien agiter.

- Acide sulfurique environ N/10

Verser 2,7 cm³ d'acide sulfurique concentré dans un ballon jaugé de 1^{l.} - Compléter avec de l'eau -

- Soude environ N/10

Peser 4 g de Soude en pastilles, dissoudre à l'eau - Faire volume à 1^{l.} -

- Bichromate de Potassium à 2%

Faire sécher 24 h. à l'étuve (à 105°) du Bichromate de Potassium RP - Peser 50 g de Bichromate séché dans un becher de 2^{l.} - faire dissoudre dans 1^{l.} 800 d'eau quand la dissolution est terminée, passer en ballon jaugé de 5^{l.} -

Ajouter lentement et en agitant 2^{l.} 500 d'acide sulfurique concentré - Laisser refroidir, puis compléter à 5^{l.} avec de l'eau permutée -

- Diphenylamine

- Peser 0,5 g de diphenylamine dans un becher de 250 - ajouter 100 cc d'acide sulfurique concentré - faire dissoudre - ajouter ensuite 20 cc d'eau - à conserver dans un flacon jaune.-

S. M.- 10

METHODE D'ANALYSE

ANALYSE DES SOLS

Matières Humiques
Totales

- Peser 5 g de terre broyée, les placer dans des tubes à centrifuger de 100 cc bouchés, avec 50 cc de pyrophosphate de Na M/10. La suspension est agitée toutes les 1/2 h. pendant toute une journée, on laisse reposer jusqu'au lendemain -
- Ajouter alors 1,5 g de Sulfate de Soude hydraté (SO_4Na^2 , $10 \text{ H}_2\text{O}$), agite bien à nouveau et centrifuge 15 minutes à 3000 tours/min -

Décanter la solution sur filtre bleu, sec -

- Prélever 10 cc du filtrat, les placer dans un erlen de 250 cc et placer dans une étuve réglée à 70°C -
- Quand tout est évaporé et que le résidu au fond de l'erlen est bien sec, sortir de l'étuve, ajouter 10 cc de Solution sulfurique de bichromate de potassium à 2%, placer sous un réfrigérant à reflux, porter à ébullition et y maintenir 5 minutes - Laisser refroidir, rincer le réfrigérant et les parois de l'erlen, diluer de façon à avoir environ 100 cc -

Ajouter 5 gouttes de Solution sulfurique de Diphenylamine et titrer avec la solution de Sel de Mohr 0,2 N jusqu'à virage du violet au bleu vert -

Faire chaque jour

- Un essai à blanc avec la même quantité de bichromate à 2% en solution sulfurique -
- Le titrage du Sel de Mohr selon la méthode donnée dans le dosage du Carbone Organique.-

==+==+==+==+==+==+==

- Prélever 25 cc de la solution filtrée, après extraction des matières humiques totales, dans un tube à centrifuger -
- Ajouter 2,5 cc d'acide Sulfurique concentré - bien agiter et laisser reposer une nuit -
- Centrifuger 5 minutes à 6000 tours/minute.
- Décanter la solution claire, ajouter 25 cc d'acide sulfurique environ N/10, bien agiter le dépôt avec un agitateur de façon à bien le laver et faire une 2e centrifugation de 5 minutes à 6000 tours/minute.
- Décanter la solution claire, ajouter 5 cc de Soude environ N/10, bien agiter pour dissoudre le précipité (si nécessaire décanter la solution et ajouter encore 5 cc de Soude) - Les solutions sodiques sont réunies dans un ballon jaugé de 50 cc -- On complète au trait de jauge avec de l'eau distillée, agite bien pour homogénéiser la solution.
- Prélever 25 cc, les placer dans un erlen de 250 cc et évaporer à sec dans l'étuve réglée à 70° -
- Quand le résidu est bien sec, sortir l'erlen de l'étuve - ajouter 10 cc de solution sulfurique de bichromate de potasse à 2%, placer sous réfrigérant à reflux, porter à ébullition et y maintenir 5 minutes -
- Laisser refroidir, rincer le réfrigérant et les parois de l'erlen à l'eau distillée, diluer de façon à avoir un volume de 100 cc environ -
- Ajouter 5 gouttes de Solution Sulfurique de diphenylamine et titrer avec la solution de Sel de Mohr 0,2 N jusqu'à virage du violet au bleu vert -

Faire chaque jour

- Un essai à blanc du titrage avec la même quantité de bichromate à 2% en solution sulfurique.
- Le titrage du Sel de Mohr selon la méthode indiquée dans le dosage du carbon organique.-

--*--*--*--*--*--

CALCUL DES ANALYSES	MATIERES HUMIQUES TOTALES
	- Séparation au pyrophosphate et Oxydation Sulfo-chromique

I - Titre du Sel de Mohr

$$\frac{0,3 \times \text{cc de } \text{Cr}^{2+} \text{O}_7 \text{K}^2 \text{ N/10}}{\text{cc Sel de Mohr utilisé}} = \text{Titre}$$

II - Sel de Mohr consommé

$$\text{Ncc Sel de Mohr pour essai à blanc} - \text{n}^{\text{cc}} \text{ Sel de Mohr versé} \\ = \text{Sel de Mohr consommé}$$

III - Matieres humiques totales en C %

$$\frac{\text{Sel de Mohr consommé} \times \text{titre} \times \text{Vol. Sol}^{\text{on}} \text{ d'attaque en cc}}{\text{Vol. prélèvement en cc} \times \text{P.E. en g}}$$

S.M.- 17

CALCUL DES ANALYSES	ACIDES HUMIQUES ET FULVIQUES
	Oxydation Sulfo-Chromique après Séparation des Acides Fulviques.

I - Titre du Sel de Mohr =

$$\frac{0,3 \times \text{cc de } \text{Cr}^{2+} \text{O}_7 \text{K}^2 \text{ N/10}}{\text{Sel de Mohr versé}} = \text{titre}$$

II - Sel de Mohr consommé =

$$\text{N}^{\text{cc}} \text{ Sel de Mohr Essai à blanc} - \text{n}^{\text{cc}} \text{ Sel de Mohr versé} = \text{Sel de Mohr consommé.}$$

III - Acides humiques en C ‰ =

$$\frac{\text{Sel de Mohr consommé} \times \text{titre} \times \text{Vol. Sol}^{\text{an}} \text{ attaque} \times \text{Vol. Sol}^{\text{an}} \text{ Sodique}}{\text{cc 2e prélèvt.} \times \text{cc 1er prélèvt.} \times \text{P.E en g}} = \text{Acides humiques en C ‰}$$

IB - Acides fulviques

$$\text{Manières humiques totales en C ‰} - \text{acides humiques en C ‰} = \text{Acides fulviques en C ‰}$$

S.M.-16

---+---+---+---+---+---

Terminé le :

Série :

N° Labo S-6	N° d' ordre	Prise d'essai	Vol d' d'at- taque	Sel de prélè- vement Cr ² O ₇ K ₂ 2%	Sel de Mohr versé	Mat: Humidité en C°/100	Attaque	Dates Prélèv.	Dosage
Titre Sel	de Mohr →								

Terminé le :

Série :

Titrage Sel de Mohr

ANALYSE DES SOLS

VI

Complexe Echangeable
des Sols non calcaires
et non salés.

Principe

Pour cette détermination nous appliquons la méthode de percolations mise au point par le laboratoire de BONDY et décrite par P. PELLOUX :

- Déplacement des cations échangeables par l'Acétate d'Ammonium et leur dosage - Ensuite saturation par une solution de Chlorure de Calcium et extraction du Ca fixé par déplacement au Nitrate de Potassium.

- Toutefois nous avons adopté un système de percolation en continu (durée d'environ 3 h. par opération) qui se prête mieux à l'analyse en série -

- Nous avons fait quelques essais de percolation ascendante (mais trop peu nombreux, le montage de l'appareil n'est pas au point). Nous ne pouvons encore tirer d'indications des résultats et nous proposons de poursuivre ces essais dès que nous en aurons le temps - De même pour l'adjonction d'un produit tensio-actif aux solutions de percolations -

- Pour la dilution du sol nous utilisons du quartz obtenu à partir de sable de plage traité par levigation, attaque acide, lavage, et calcination.

Pour les déterminations des Bases Echangeables nous préférons séparer les ions Ammonium qui gênent lors de la Complexométrie de Ca et gênent également dans la Photométrie de Flamme.

Après leur élimination, Ca, Mg sont dosés par Complexométrie et Na, K par Photométrie de Flamme -

Interférence de Ca sur le dosage de Na

des teneurs élevées de Ca =

>8 meq/100 g si la solution de Bases Echangeables a été amenée à Vol. 150 cc -

>11 meq/100 g si la solution a été amenée à Vol. 200 cc - interfèrent sur le dosage de Na (cette interférence est nulle ou négligeable sur K) -

Ces teneurs étant rares à Lomé nous n'avons pas fait encore de solution étalon chargée de Ca -

Dans les cas exceptionnels où ces teneurs se rencontrent nous diluons la solution destinée à la Photométrie de Flamme de façon à nous trouver dans des conditions où cette interférence est négligeable.

Pour la détermination de la Capacité d'Echange Ca est titré par Complexométrie et Cl^- par la méthode de VOLHARD (Argentimétrie par retour avec enrobage du précipité d'AgCl par une petite quantité de Nitrobenzène).

Précision

Dans les conditions habituelles de dosage

- 2 gouttes de réactif donnent 0,03 meq/100 g de Ca ou Mg
- 2 divisions du photomètre correspondent à 0,17 meq/100g de Na ou 0,07 meq/100g de K
- 1 goutte de réactif dans le dosage du Cl^- en vue de la détermination de la Capacité d'Echange correspond à un écart de 0,12 meq/100 g sur le résultat.

Rendement

- un opérateur exécute de séries de 20 percolations par semaine (plus blanc et témoin)
- les dosages de Ca, Mg, Na, K et Cl sont effectués par les divers postes de travail dans les conditions habituelles -
- 60 dosages/jour par opérateur pour la Complexométrie (30 Ca, 30 Mg)
- 120 dosages/jour par opérateur pour les Alcalins (60 Na, 60 K)
- 50 dosages/jour par opérateur pour le dosage de Cl

Produits et matériel nécessaires pour 1000 déterminations complètes (Ca, Mg, Na, K échangeables et Capacité d'Echange)

Produits

Acétate d'Ammonium RP	24 Kg
Chlorure de Calcium	47 Kg
Triéthanolamine	26 ^l .
Acide nitrique	14 Kg
Nitrate de Potassium	50 Kg
Quartz	5 Kg
Complexon	270 g
Chlorure d'Ammonium RP	1 Kg

Ammoniaque RP	16 ¹ .
Sulfate ferreux technique	2,500 Kg
Cyanure de Potassium RP	0,600 Kg
Chlorure de Sodium RP	0,350 Kg
Potasse caustique RP	0,400 Kg
Noir ériochrome T	1,2 g
Réactif de Patton et Reeder	4,0 g
Papier indicateur pH 9,5 à 13	30 mm
" " pH 6,5 à 10	60 mm
Solution étalon pour Photométrie	3 ¹ .
Oxygène	3,5 blles
Butane	1,75 blles
Solution titrée de Nitrate d'Argent N/20	30 ¹ .
Solution titrée de Sulfocyanure N/20	25 ¹ .
Nitrobenzène.....	3 ¹ .500
Solution de Nitrate de Fer	300 cm ³

Matériel (l'équipement de la table de percolations : bâti, noix, pinces etc... ainsi que le matériel de préparation des solutions : agitateurs, réservoirs de 30¹. etc... ne sont pas compris dans cette énumération) -

25	Colonnes à percolation
25	Réservoirs à percolation (avec couvercles)
65	Ballons jaugés de 200 cc
65	" " de 500 cc
40	Bechers de 600 cc
50	Erlens de 350 cc
2	Pipettes de 50 cc
2	Doseurs Héron de 2 x 10 cc
1	Doseur Héron de 2 x 5 cc
1	Doseur Héron de 2 x 3 cc
2	Burette de 20 cc à 0 automatique
1	" de 50 cc à 0 "
1	Agitateur magnétique
20	Barreaux aimantés
50	Fiols cylindro-coniques de 250 cc
40	Bechers de 10 cc pour Photomètre Coleman

Percolations pour
Bases Echangeables
et Capacité d'Echange

- Solution d'acétate d'Ammonium M -

Prendre deux flacons de 1 Kg d'acétate d'Ammonium, faire dissoudre dans environ 16 l. d'eau tiède (1 flacon de 1 Kg dans un seau plastique avec 8 l. d'eau) -

Quand la dissolution est terminée et refroidie passer la solution dans la bonbonne de plastique et compléter le volume jusqu'au trait de jauge (26 l.) avec de l'eau déminéralisée. Vérifier le pH qui doit être de 7 - S'il était différent prévenir le chef de laboratoire.

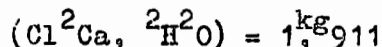
- Solution de Chlorure de Calcium N, tamponné à pH 7

Préparer une solution (A)

Triéthanolamine 390 cm³
Acide nitrique 130 cm³
Eau distillée 12^l 480

Préparer une solution (B)

Chlorure de Calcium



Faire dissoudre dans un seau en plastique avec 8^l d'eau tiède environ -

Quand la solution est terminée, et froide, la mesurer en la passant dans la bonbonne de 30 l., ajouter la quantité d'eau nécessaire pour arriver à 13 l.-

Bien agiter, ajouter ensuite la solution (A) - Bien agiter encore et mesurer le pH (au pHmètre) -

On doit obtenir 7,0

Si le pH est plus grand que 7,0 ajouter 2 ou 3 cc d'acide nitrique, bien agiter et attendre 1/2 h. avant de mesurer à nouveau le pH.

Si le pH est plus petit que 7,0 ajouter 2 ou 3 cc de Triéthanolamine bien agiter et attendre 1/2 h. avant de mesurer à nouveau le pH.-

- Solution de Chlorure de Calcium N/10

Faire dissoudre 147 g de Chlorure de Calcium ($\text{Ca Cl}_2, 2\text{H}_2\text{O}$) dans 20^l d'eau - Vérifier que le pH est d'environ 7.

Solution de Nitrate de Potassium - N

Peser 2,525^{kg} de Nitrate de Potassium

Faire dissoudre à l'eau, passer dans la bonbonne de 30^l. et ajuster le volume au trait de jauge (25 l.) avec de l'eau distillée.-

BASES ECHANGEABLES
ET CAPACITE D'ECHANGE
(Percolation)

- Garnir le fond de la colonne de percolation avec un tampon de coton hydrophile, puis 10 g de quartz.
- Peser 20 g de sol et mélanger avec 30 g de quartz en garnir la colonne -
- Ajouter ensuite 10 g de quartz
- Préparer une colonne garnie uniquement de quartz (50 g) pour l'essai à blanc -
- Placer sous les colonnes des bechers de 400 F.H., numérotés

1ère Percolation

- Placer dans le reservoir de percolation 250 cc d'acétate d'ammonium et régler l'écoulement à la cadence d'une goutte toutes les 2 secondes de façon à percoler les 250 cc en 3h.- Quand tout le liquide est écoulé - enlever les bechers de 400, ajouter dans chacun 10 cc d'acide chlorhydrique concentré et 5 cc d'acide nitrique - placer sur plaque chauffante et aller complètement à sec de façon à bien décomposer les sels ammoniacaux - reprendre par 20 cc d'acide chlorhydrique à 10% - quand tout est redissous (chauffer légèrement sous verre de montre), passer dans des ballons jaugés de 200 cc, compléter au trait de jauge avec de l'eau, boucher et bien agiter - donner ces solutions pour les dosages de Ca, Mg, Na, K -

2ème Percolation

Aussitôt la 1ère percolation terminée placer sous les colonnes des bechers de 600 cc et mettre dans les reservoirs 500 cc de chlorure de Calcium tamponné - percoler à la même cadence que précédemment - quand la percolation est terminée jeter le contenu des bechers et les remettre en place -

3ème Percolation

Placer dans les reservoirs 150 cc de chlorure de Calcium N/10 et percoler comme précédemment - quand la percolation est terminée, laisser bien écouler tout le liquide, jeter la solution récupérée dans le becher -

4ème Percolation

Placer sous les colonnes des bechers de 600 propres et numérotés - mettre dans les reservoirs 450 cc de nitrate de Potassium N et percoler de la façon habituelle - quand tout est bien écoulé, passer les solutions en ballons jaugés de 500 cc, compléter au trait de jauge, boucher, bien agiter et donner ces solutions pour le dosage de Cl et Ca -

Récupération du quartz

Enlever les colonnes, vider le quartz et la terre sur un tamis de 1 mm et laver sur un courant d'eau pour entraîner toutes les parties fines - laver ensuite dans le cône de levigation pour séparer la terre du quartz - le quartz récupéré est placé dans un becher de 2 l. quand la quantité récupérée est suffisante (environ 2 Kg) il est traité par HCl à 30% à chaud, puis lavé à l'eau et calciné pour pouvoir servir ensuite à de nouveaux essais.-

Terminé le :

Série :

Togo Dahomey

[illegible]

PREPARATION DES SOLUTIONS	S	O	L	S

Ca et Mg par Complexométrie (Bases Echangeables, Bases Totales, Analyses Générales)

Triéthanolamine 50%

Mesurer 500 cc de Triéthanolamine dans un ballon jaugé de 1^l.
Compléter à 1^l. avec eau déminéralisée -
Mettre en flacon de verre jaune.

KOH, 3N

- Peser 168 g de Potasse en pastilles, les mettre dans un becher de 2^l. - Lui-même placé dans un bain réfrigérant -
- Mesurer 1^l. d'eau déminéralisée dans une éprouvette
- Mettre des lunettes de protection
- Verser lentement l'eau dans le becher contenant la Potasse en agitant continuellement jusqu'à dissolution - (Attention aux projections).
- Laisser bien refroidir
- Mettre dans des flacons de polyéthylène de 250 cc.

Lessive de Soude à 40%

- Peser 400 g de Soude caustique RP dans une capsule de porcelaine
- Placer 800 cc d'eau permutée dans un becher de 2^l. (sur lequel on a tracé un trait de repère à hauteur du volume 1^l. - mettre ce becher dans un bain refroidisseur -
- Mettre des lunettes de protection
- Faire tomber lentement les pastilles de Soude dans l'eau du becher en agitant constamment -
- Quand toute la Soude est dissoute, laisser refroidir la solution, compléter avec de l'eau jusqu'au volume de 1^l. (trait de repère sur le becher - bien agiter et passer en flacon bouché par du plastique ou du caoutchouc - (jamais de bouchon de verre avec la Soude).

Réactif de Patton et Reeder

- Peser dans un mortier de porcelaine 50 g de Chlorure de Sodium
- Peser ensuite 50 mg de Réactif de Patton et Reeder
- Broyer pour bien homogénéiser
- Conserver en boîte plastique

Tampon Magnésium
(pour Cyanure)

- Fabriquer par 5^l.

Peser 125 g de Chlorure d'Ammonium

Mesurer 1^l,250 d'Ammoniaque concentrée

: 1^l,250 de Triéthanolamine

2^l,500 d'Eau déminéralisée

Bien agiter -

- Passer dans des flacons de 1^l.

Cyanure de Potassium

Produit très dangereux à manipuler avec beaucoup de précautions - mettre gants et lunettes.

- Fabriquer par 1^l.

Peser 50 g de Cyanure de Potassium dans un becher de 1^l. -

Ajouter 800 cc d'eau - Faire dissoudre à froid en agitant -

Passer dans un ballon de 1^l. - Laver ce becher et faire volume à 1^l. -

- Mettre en flacons polyéthylène de 100 cc
- Noter sur chaque flacon la date de préparation
- Garder ces flacons dans une armoire fermée à clé
- Donner aux opérateurs un seul flacon à la fois contre remise d'un flacon vide.

Noir Eriochrome T

- Peser 50 mg de Noir Eriochrome T
- Placer dans un mortier de porcelaine avec 50 g de Chlorure de Sodium
- Broyer pour obtenir un bon mélange homogène
- Placer dans une boîte de plastique

Complexon N/50

Voir préparation et contrôle à "Solutions Titrées".

Ca par Complexométrie
(dans les solutions d'extraction des Bases Echangeables
et Solutions de Capacité
d'Echange

- 1 - Prélever, avec une pipette, 50 cc de solution d'extraction et les placer dans un erlen de 250,
- 2 - Ajouter 10 cc de Triéthanolamine à 50% -
- 3 - Ajouter goutte à goutte KOH 3N jusqu'à pH 13 (vérifier en faisant des touches au papier indicateur).
- 4 - Ajouter un tout petit peu de réactif de Patton et Reeder" -
En présence de Ca la solution prend une teinte rose.
- 5 - Titrer par Complexon N/50 jusqu'à virage au bleu - vert.
- 6 - Noter sur la feuille d'analyse le volume de la prise d'essai et le nombre de cc de Complexon versé.

Attention - Lorsqu'on ajoute KOH 3N, il peut se produire un précipité qui ne disparaît pas - dans ce cas arrêter ce dosage et prévenir le Chef de Laboratoire.

Mg par Complexométrie
(dans les solutions d'extraction des Bases Echangeables
et des Bases Totales)

Dosage de la Somme Ca + Mg

- 1 - Prélever, avec une pipette, 50 cc de Sol^{on} d'extraction et les placer dans un erlen de 250 cc -
- 2 - Ajouter goutte à goutte, du Tampon magnésium (pour Cyanure), jusqu'à obtenir pH 9 à 10 - (Vérifier en faisant des touches au papier indicateur).
- 3 - Ajouter alors 30 cc de Tampon Mg (pour Cyanure) mesurés avec une éprouvette.
- 4 - Ajouter ensuite 5 cc de solution de Cyanure de Potassium à 10% - Attention cette solution est très dangereuse, mesurer avec une éprouvette réservée à cela et prendre beaucoup de précautions - une très petite quantité peut tuer un homme.
- 5 - Ajouter un tout petit peu de Noir Eriochrome T (avec la mesure qui est dans la boîte) -
- 6 - Titrer avec une solution de Complexon N/50 - La solution passe du Bleu au Vert.
- 7 - Avant la fin du virage, quand la solution commence de changer de couleur, ajouter 10 cc d'ammoniac concentrée.
Les dernières gouttes de Complexon doivent être ajoutées très lente-
ment.
- 8 - Après le dosage - Verser la solution que l'on vient d'analyser dans une bonbonne de dénaturation", jamais dans l'évier, puis se laver les mains soigneusement.
- 9 - Attention - Si la solution prend une teinte marron - arrêter le dosage et prévenir le Chef de Laboratoire.-

Calculs établis pour Complexon N/50Ca

- 1 - N^{oo} Complexon versé pour l'échantillon
 - n^{oo} " " " le blanc = Complexon pour Ca (1)
- 2 - $\frac{\text{Complexon pour Ca} \times 0,02 \times \text{Vol. Sol}^{\text{on}} \text{ en cc} \times 100}{\text{P.E. en cc} \times \text{Poids de Sol percolé en g.}} = \text{Ca meq/100 g}$

Dans les conditions habituelles =

Poids de sol percolé $\longrightarrow$ 20 g
 Volume de Solution $\longrightarrow$ 150 cc
 Prise d'essai par le dosage $\longrightarrow$ 50 cc

On a directement -

$$\frac{\text{cc Complexon pour Ca} \times 0,3}{\text{cc}} = \text{Ca meq/100g}$$

Mg

- 1 - N^{oo} Complexon versé pour l'échantillon
 - n^{oo} " " " le blanc = Complexon pour Ca + Mg (2)
- 2 - Complexon pour Ca + Mg (2)
 - " " Ca (1) = Complexon pour Mg
- Ceci dans le cas où la prise d'essai pour Ca est la même que pour Ca + Mg
- 3 - $\frac{\text{Complexon pour Mg} \times 0,02 \times \text{Vol. Sol}^{\text{on}} \text{ en cc} \times 100}{\text{P.E. en cc} \times \text{Poids de Sol percolé en g.}} = \text{Mg meq/100 g}$

Dans les conditions habituelles

Poids de sol percolé $\longrightarrow$ 20 g
 Volume de Solution $\longrightarrow$ 150 cc
 Prise d'essai par le dosage $\longrightarrow$ 50 cc

On a directement -

$$\frac{\text{cc Complexon pour Mg} \times 0,3}{\text{cc}} = \text{Mg meq/100g}$$

METHODE D'ANALYSE	S O L S
	Na et K par Photométrie de Flamme

- 1- Mettre le photomètre de flamme en chauffage - pour cela - enclancher le contact électrique du boîtier de commande - débrancher le cordon reliant le photomètre au galvanomètre -
- 2- Prélever suffisamment de solution d'attaque pour garnir les petits bechers de 10 cc utilisés par le photomètre noter sur la feuille d'analyse les numéros de bechers -
- 3- Après 1/2 h. de chauffage du photomètre - procéder à l'allumage du brûleur - pour cela = enlever la cheminée
 - ouvrir progressivement le butane en présentant une flamme au bas de la grille du brûleur -
 - quand le gaz s'est allumé ouvrir progressivement l'oxygène -
 - régler ensuite les gaz aux repères indiqués sur les manomètres, soit 0,9 bar pour l'oxygène
350 millibar pour le butane

quand la flamme est ainsi réglée mettre en place la lentille et le filtre choisi de façon telle que l'inscription Na ou K soit - tournée vers soi

Remettre la cheminée en place

Placer un becher d'eau distillée dans le support du brûleur - fermer la porte et tourner le bouton pour mettre la solution en pulvérisation -

- Brancher le cable reliant le photomètre au galvanomètre -
- Lever le bouton de contact situé derrière le galvanomètre - Le spot lumineux doit apparaître sur le verre dépoli -
- Agir sur les deux boutons du photomètre marqués "BLK Coarse" puis "BLK Fine" pour régler le spot sur la graduation 0 de l'échelle % T (graduation noire)
- NB - Vérifier que le bouton " 20 " du photomètre est tournée vers la gauche et que ces deux boutons marqués "BAC" et "STD" du galvanomètre sont également tournés sur la gauche, à bout de course - ces 3 boutons ne doivent être jamaï s touchés et doivent toujours rester dans cette position -
- Enlever le becher d'eau distillée et placer un becher contenant la solution étalon destinée au réglage du 100 et choisie d'après le tableau.

T A B L E A U I

CHOIX DE LA COURBE			VERIFICATION DE LA COURBE			
Courbe n°		Solution pour tarage du 100	Solution	Lecture	Solution	Lecture
Na	1	50 γ /cc (100)	20 γ /cc	61	35 γ /cc	84,5
	2	100 γ /cc (100)	40 γ /cc	66	70 γ /cc	86
K	1	10 γ /cc (100)	3 γ /cc	33	7 γ /cc	71
	2	50 γ /cc (100)	15 γ /cc	41,5	35 γ /cc	80

Commencer par la courbe Na-1

Si les déviations étaient trop forte (> 90)

On prendrait la courbe Na-2

- Régler la déviation au 100 de la graduation % T (noir) en utilisant les boutons "Galv Coarse" puis "Galv Fine" du galvanomètre -

Vérifier ensuite le réglage du zéro puis le tarage du 100 plusieurs fois de suite jusqu'à ce que les deux réglages soient stables -

- Passer ensuite les deux solutions de vérification de la courbe indiquées par le tableau I - Les déviations obtenues doivent correspondre ± 1 à celles indiquées par le tableau - si non revoir le réglage du 0 et le tarage du 100 -

Les vérifications terminées passer les échantillons - tous les 5 échantillons. aux moments indiqués par le trait rouge de la plaque porte-échantillons, faire une vérification et un réglage si nécessaire, du 0 et du 100 -

Si la déviation est supérieure à 90 réétalonner l'appareil avec la courbe Na-2. Si la déviation était encore supérieure à 90 - procéder aux dilutions de la façon suivante, en utilisant toujours la courbe Na-2 =

- Prélever 25 cc de solution d'attaque, faire volume à 50 cc en complétant avec de l'eau distillée - bien agiter -
- Opérer ensuite le dosage de K en opérant de la même façon, après avoir enlevé le filtre Na et l'avoir remplacé par le filtre K -

UNITES 5 LITRES										
	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9
0				0,4	0,5	0,6	0,8	1,0	1,2	1,4
1	1,6	1,8	2,0	2,2	2,4	2,6	3,0	3,2	3,4	3,8
2	4,0	4,2	4,6	4,8	5,2	5,4	5,8	6,0	6,4	6,6
3	7,0	7,4	7,6	8,0	8,4	8,8	9,2	9,4	9,8	10,2
4	10,6	11,0	11,2	11,6	12,0	12,4	12,8	13,2	13,6	14,0
5	14,6	15,0	15,4	15,8	16,4	16,8	17,2	17,8	18,2	18,8
6	19,4	19,8	20,4	21,0	21,6	22,2	22,8	23,4	24,0	24,6
7	25,2	25,8	26,4	27,2	27,8	28,4	29,0	29,8	30,4	31,0
8	31,8	32,4	33,2	34,0	34,6	35,4	36,2	37,0	37,8	38,6
9	39,4	40,2	41,2	42,0	43,0	44,0	45,0	46,0	47,2	48,6
10	50,0									

Photométrie
de flamme -

Na

Courbe N°1

0 = eau distil-
lée

100 = 50% cc Na

Janvier 66

E.M.-31

Unités 0,2 UNITÉS	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9
0						0,8	1,0	1,2	1,4	1,6
1	1,8	2,0	2,4	2,8	3,0	3,4	3,6	4,0	4,4	4,8
2	5,2	5,6	6,0	6,4	6,8	7,4	8,0	8,4	8,8	9,2
3	9,8	10,4	10,8	11,2	12,0	12,4	13,2	13,6	14,0	15,0
4	15,6	16,4	17,0	17,6	18,4	19,2	20,0	20,8	21,6	22,4
5	23,2	24,0	24,8	25,6	26,8	27,6	28,8	29,6	30,8	32,0
6	32,8	34,0	35,2	36,4	37,6	38,8	40,0	41,2	42,4	43,6
7	44,8	46,4	47,6	49,2	50,4	52,0	53,2	54,8	56,4	58,0
8	59,2	60,8	62,4	64,0	65,6	67,2	68,8	70,4	72,4	74,0
9	76,0	78,0	80,0	82,0	84,0	86,4	88,4	91,2	94,0	96,8
10	100,0									

Photométrie
de flamme

Na

Courbe N°2

0 = eau distil-
lée

100 = 100%/cc Na

Janvier 66

E.M.-32/

UNITES DIZAINES	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9
	0	0,04	0,12	0,20	0,28	0,36	0,44	0,52	0,64	0,72
1	0,80	0,88	0,96	1,04	1,12	1,24	1,32	1,40	1,52	1,60
2	1,72	1,80	1,88	2,00	2,08	2,20	2,28	2,36	2,48	2,56
3	2,68	2,76	2,88	3,00	3,08	3,20	3,32	3,40	3,52	3,60
4	3,72	3,84	3,92	4,04	4,12	4,24	4,32	4,44	4,56	4,64
5	4,76	4,84	4,96	5,08	5,16	5,28	5,40	5,48	5,60	5,72
6	5,80	5,92	6,04	6,12	6,24	6,32	6,44	6,52	6,64	6,76
7	6,84	6,96	7,04	7,16	7,28	7,40	7,48	7,60	7,68	7,80
8	7,92	8,04	8,12	8,24	8,36	8,44	8,56	8,64	8,76	8,88
9	8,96	9,04	9,20	9,28	9,40	9,52	9,60	9,72	9,80	9,92
10	10,0									

Photométrie
de l'anne
K

Courbe N°1

C = eau dis-
tillée

100 = 100%/cc K

Janvier 66

EMM-33

Unités ↓ M- raines	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9
0		0,50	0,75	1,00	1,25	1,75	2,00	2,25	2,50	2,75
1	3,00	3,50	3,75	4,00	4,50	4,75	5,25	5,50	5,75	6,25
2	6,50	7,00	7,25	7,75	8,00	8,50	8,75	9,25	9,50	10,00
3	10,25	10,75	11,00	11,50	12,00	12,25	12,75	13,25	13,50	14,00
4	14,50	14,75	15,25	15,75	16,00	16,50	17,00	17,50	18,00	18,50
5	19,00	19,25	19,75	20,25	20,75	21,25	21,75	22,50	22,75	23,25
6	23,75	24,25	24,75	25,50	26,00	26,50	27,00	27,50	28,00	28,75
7	29,25	29,75	30,25	31,00	31,50	32,00	32,50	33,00	33,75	34,25
8	35,00	35,50	36,00	36,75	37,50	38,25	38,75	39,25	40,00	40,75
9	41,50	42,25	43,00	43,75	44,50	45,50	46,25	47,00	48,00	49,00
10	50,00									

Photométrie
de Flamme

K

0 à 50 γ /cc
de K

Courbe n°2

0 = eau distillée
100 = 50 γ /cc K

++++

E.M.-42/

E.M.-42

I - Calculer la teneur en γ /cc

a) S'il n'y a pas eu de dilution =

$$\begin{array}{r} \text{Lecture de la courbe} \rightarrow \gamma/\text{cc} \\ \text{---} \quad " \quad " \quad " \quad \gamma/\text{cc du blanc} \\ = \quad \text{Teneur éch}^{\text{on}} \quad \gamma/\text{cc} \end{array}$$

b) S'il y a eu dilution

$$\gamma \text{ cc de l'éch}^{\text{on}} = \frac{\text{Lecture de la courbe X Dilution en cc}}{\text{P.E. en cc}}$$

$$\frac{\text{Lecture de la courbe X Dilution en cc}}{\text{P.E. en cc}} = \gamma/\text{cc}$$

$$\begin{array}{r} \text{---} \quad \text{Teneur blanc} \quad \gamma/\text{cc} \\ = \quad \text{Teneur éch}^{\text{on}} \text{ en } \gamma/\text{cc} \end{array}$$

II - Teneur en meq/100g de sol séché à l'air

a) Conditions habituelles de percolation = 20g de Sol^{on}
Vol. Sol^{on} percolée = 200 cc

$$\text{Na meq/100} = \frac{\text{Teneur } \gamma/\text{cc}}{23}$$

$$\text{K meq/100} = \frac{\text{Teneur } \gamma/\text{cc}}{39}$$

b) Conditions de percolations différentes =

$$\text{Na meq./100} = \frac{\text{Teneur } \gamma/\text{cc X Vol. Sol}^{\text{on}} \text{ percolée en cc}}{\text{Prise d'essai en g X 230}}$$

$$\text{K meq./100} = \frac{\text{Teneur } \gamma/\text{cc X Vol. Sol}^{\text{on}} \text{ percolée en cc}}{\text{Prise d'essai en g X 390}}$$

Ces deux chiffres sont inscrits dans la colonne
"meq.%" de la feuille d'analyse.-

--*--*--*--*--*--*--*--*--

Terminé le :

Série :

DAHOMEY

Érification No	208/cc	course	1	Lect.	=	8/cc	K	38/cc	course	1	Lect.	=	8/cc
es Courbes	35		1	=	=		15		1	=	=		
	40		2	=	=		15		2	=	=		
	70		2	=	=		35		2	=	=		

PREPARATION DES SOLUTIONS	S	O	L	S
Cl par Méthode VOLHARD dans la Détermination de la Capacité d'Echange				

Acido Nitrique 6N

250 cc d'acide nitrique concentré + 250 cc d'eau
Bien agiter, conserver en flacon de verre jaune.

Nitrate de Fer

Attaquer un morceau de fer pur (pointe) par NO^3H
concentré à froid (20 cc) diluer avec 200 cc d'eau -
Filtrer.

Nitrobenzène

Employé tel qu'il est livré

NO^3Ag N/10

SCnK N/10

Voir à préparation des Solutions titrées.

METHODE D'ANALYSE	S O L S
	Cl par Méthode VOLHARD dans la Détermination de la Capacité d'Echange

- Prélever 50 cc de solution percolée à l'aide d'une pipette et les placer dans un erlen de 250.
- Ajouter 10 cc d'acide nitrique 6N
 - 20 cc NO^3Ag N/10 très exactement avec une pipette
 - 3 cc de Nitrobenzène
 - 5 gouttes de Nitrate de Fer

Bien agiter 2 minutes.

- Titrer avec solution de SCnK N/10 jusqu'à apparition d'une teinte rouge persistante.
- Noter sur la feuille d'analyse :
 - Prise d'essai en Cm^3
 - Volume de NO^3Ag ajouté en Cm^3
 - Volume de SCnK versé en Cm^3

N.B..- Si, dès le 1^o Cm^3 de SCnK on avait une coloration rouge persistante recommencer le dosage en prenant 40 cc de NO^3Ag au lieu de 20 .-

/S. M.- 19/

CALCUL DES ANALYSES

S O L S

Capacité d'Echange

Dans le cas général

ou = Prise d'essai = 20 g

- Sol^{on} de Capacité d'échange = 500 cc

- Cl dosé avec NO³Ag N/20 et SCnK N/20 sur 50 cc de Sol^{on}

- Ca dosé par Complexon N/50 sur 50 cc de Solution

1e)- N^{cc} SCnK N/20 de l'essai à blanc

- N^{cc} SCnK de l'échantillon
= a

2e)- Q^{cc} Complexon N/50 de l'échantillon

- q^{cc} Complexon N/50 du blanc
= b

3e)- a x 2,5 = c

4e)- b - c = meq / 100 g

ANALYSE DES SOLS

VI

Bases Echangeables des Sols Calcaires ou Salés

Sels Solubles

Principe

Dans les Sols calcaires ou salés les éléments alcalino-terreux sous forme de Chlorures, Sulfates ou Carbonates sont solubilisés lors de la percolation à l'Acétate d'Ammonium et faussent les résultats.

Il est donc nécessaire de connaître l'importance de ces Sels solubles pour les déduire des résultats obtenus par la méthode habituelle.

Pour cela nous pouvons opérer de deux façons selon les désirs du demandeur -

A - Dosage des anions Cl^- , SO_4^{--} , CO_3^{--}

Dans la Solution de percolation à l'Acétate d'Ammonium, en employant les méthodes suivantes :

Cl^- par méthode de VOLHARD (argentimétrie par retour) Voir description au chapitre précédent "Complexe échangeable des Sels non calcaires et non salés" lors de la détermination de la Capacité d'Echange.

SO_4^{--} par précipitation de SO_4Ba

CO_3^{--} déplacement par l'acide chlorhydrique entraînement par un courant d'air décarbonaté précipitation du Carbamate de Baryum et transformation en Carbonate qui est séparé, dissous et précipité en Sulfate - on filtre et calcine le SO_4Ba obtenu -

Les anions ainsi dosés sont exprimés en meq./100 g de Sol et déduits de la somme des "Bases Echangeables" -

Le dosage de Cl^- est rapide, celui de SO_4^{--} peu précis pour les faibles teneurs, le CO_3^{--} est long, délicat et peu précis pour les faibles teneurs - l'avantage de cette méthode est d'opérer sur la solution de percolation des Bases Echangeables mais il est nécessaire d'amener celle-ci à un volume de 500 cc -

<u>Précision</u>	Cl^-	$\pm$	0,12 meq./100 g
	SO_4^{4-}	$\pm$	0,35 meq./100 g
	CO_3^{3-}	$\pm$	0,25 meq./100 g

Rendement

Cl^-	50 dosages par opérateur et par jour
SO_4^{4-}	25 dosages par " " "
CO_3^{3-}	5 déterminations par opérateur et par jour

Produits et matériel nécessaire pour 1000 déterminations de "Sels Solubles" (ensemble Cl , SO_4 , CO_3) à cette cadence -

Produits

Ammoniaque RP	1 ^{1.5}
Acide nitrique RP	6 ^{1.}
Acide chlorhydrique RP	46 ^{1.}
Acide sulfurique RP	2,5 Kg
Nitrobenzène	3 ^{1.5}
Chlorure de Baryum RP	7 Kg
Soude technique en paillettes	55 Kg
Coton hydrophile	2,5 Kg
Filtres sans cendres "bleu" ϕ 125	2200
Solution de Nitrate de fer	300
Charges de butane	4
Solution titrée N/20 de nitrate d'argent	22 ^{1.}
" " " de Sulfoocyanure d'Ammonium ..	20 ^{1.}

Matériel

60	Bechers de 250
40	" de 400
38	Entonnoirs ϕ 70 mm
30	Verres de montre ϕ 80 mm
60	Nacelles à calcination
4	Flacons laveurs de 500 cc
2	Colonnes à dessécher
1	Réfrigérant droit
2	Entonnoirs à robinet
4	Ballons de 1 ^{1.} à col large
10	Erlens de 250 cc
50	Erlens de 350 cc
6m.	Tube plastique ϕ intér. 5 mm

burettes de 25 cc graduées en 0,05 cc à 0 automatique	2
agitateur électro magnétique	1
barreaux aimantés	10
pipette de 50 cc	1
" de 20 cc	1
doseur héron 2 x 10 cc	1
" " 2 x 3 cc	1

B - Extraction séparée et dosage des cations "Solubles"

Na⁺, K⁺, Ca⁺⁺, Mg⁺⁺ -

Les cations échangeables Na et K étant dissous lors d'une percolation à l'~~alco~~ alors que Ca Mg échangeable ne le sont pas (B. DABIN) nous opérons en deux temps.

1e percolation à l'alcool éthylique qui dissout les sels

de Na et K - le percolat est distillé à 85° (pour récupérer l'alcool en évitant de perdre des chlorures) et le résidu de distillation (après avoir chassé et détruit le restant d'alcool) et mis en solution légèrement chlorhydrique et passé en photométrie de flamme selon la méthode décrite au chapitre "Complexe échangeable des sols non calcaires et non salés".

2e percolation à l'eau qui dissout les sels de Ca et Mg -

Ca et Mg par Complexométrie par la méthode habituelle - (Voir au chapitre "Complexe échangeable des Sols non calcaires et non salés")

- Les cations ainsi dosés sont déduits de ceux obtenus dans la détermination des bases échangeables par la méthode habituelle -

- Cette méthode exige des percolations supplémentaires mais les dosages des cations sont simples et précis -

<u>Précision</u>	Na	±	0,09 meq/100 g
	K	±	0,04 meq/100 g
	Ca	±	0,05 meq/100 g
	Mg	±	0,05 meq/100 g

Rendement

Percolations	20 percolations par jour et par opérateur
Na, K	10 dosages de Na et K par jour - " -
Ca, Mg	30 dosages de Ca et Mg " " "

Produits et matériel pour 1000 déterminations de "Sels solubles"
(ensemble Na, K, Ca, Mg) à cette cadence

Produits :

Alcool éthylique Codex	100 ^l .
Acide sulfurique RP	10 Kg
Acide nitrique RP	3 Kg
Complexon (EDTA)	175 g
Chlorure d'Ammonium RP	1 Kg
Ammoniaque RP	16 Kg
Triéthanolamine	16 ^l .
Sulfate ferreux technique	2,5 Kg
Cyanure de Potassium RP	0,6 Kg
Potasse caustique RP	0,2 Kg
Chlorure de Sodium RP	0,2 Kg
Noir ériochrome T	1,2 g
Réactif de Patton et Reeder	2 g
Papier indicateur pH 9,5 à 13	30 m
Papier indicateur pH 6,5 à 10	30 m

Matériel

60	Fioles cylindro-coniques de 250 cc
10	Barreaux aimantés
1	Burette à O automatique de 20 cc
3	Doseurs Héron de 2 x 5 cc
1	" " de 2 x 10 cc
1	Pipette de 50 cc
1	" de 25 cc
20	Erlens de 500 cc à rodage normalisé de 29/32 (Prolabo 9024R)

!	!	!
! PREPARATION DES SOLUTIONS !	S O L S	!
!	!	!
!	CO ³ - - dans les Solu-!	!
!	!tions de Percolation!	!

Lessive de Soude à 40%

- Peser 400 g de Soude en paillettes dans un becher de 2^{l.}
- Placer le becher dans un bain refroidisseur
- Ajouter lentement, avec précautions, 1^{l.} d'eau distillée en agitant constamment -

Attention aux projections il est indispensable de mettre de mettre des lunettes de protection pendant cette opération -

- Laisser refroidir, puis mettre en flacon.

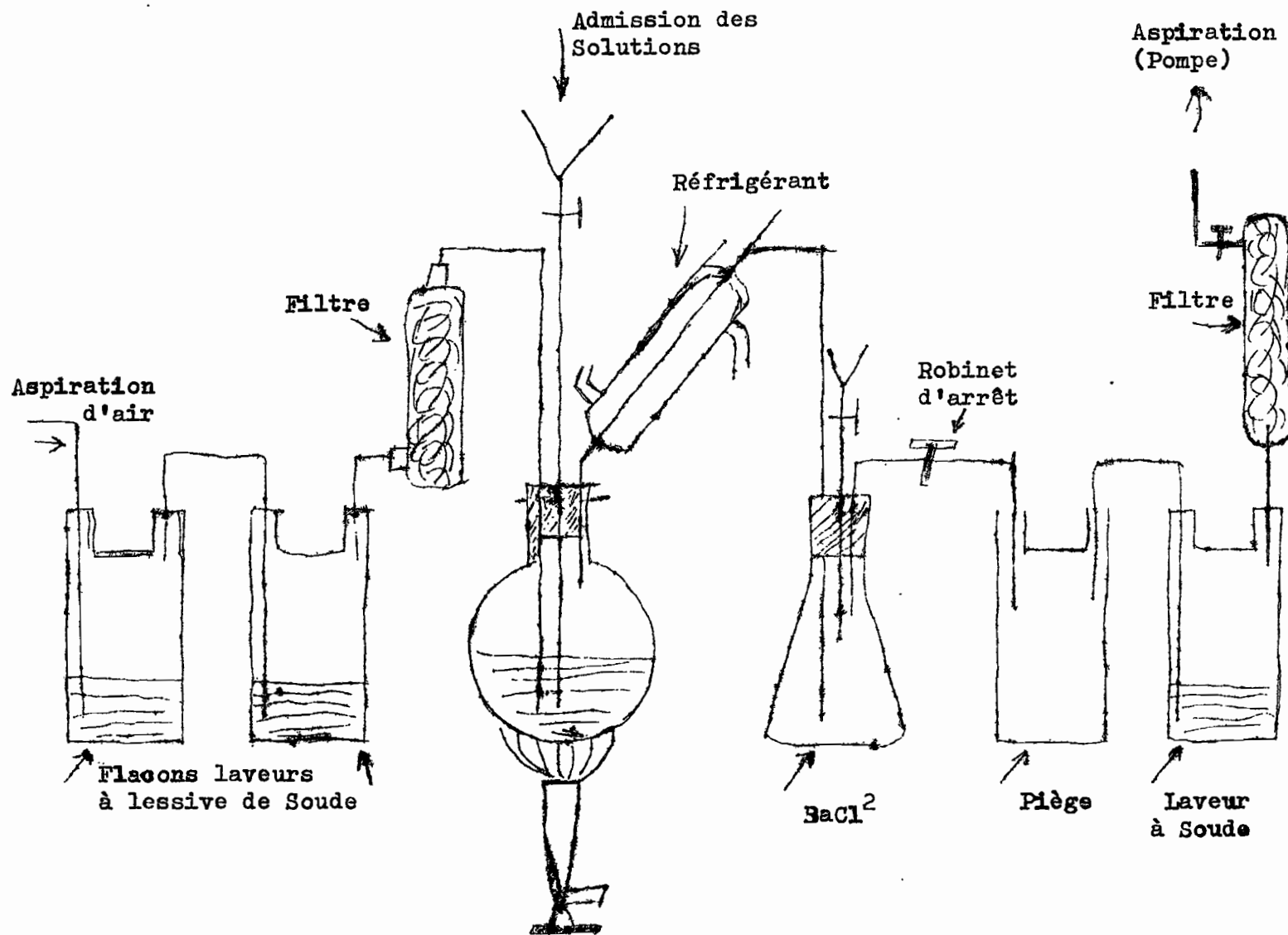
Chlorure de Baryum ammoniacal

Faire une solution de 100 g/l de chlorure de baryum - dans 1^{l.} d'eau distillée bouillie ajouter 20 cc d'ammoniaque - Laisser reposer 24h. en flacon bouché puis filtrer si nécessaire -

Attention toujours reboucher le flacon aussitôt après s'en être servi.

Eau distillée bouillie - avoir une réserve constante de 2 à 3^{l.} d'eau distillée bouillie (10 min. d'ébullition) que l'on conserve en flacons bouchés -

--*--*--*--*--*--



METHODE D'ANALYSE

S O L S

CO_3^{--} dans les solution de Percolation

II - REPLACEMENT DU CO²

- Garnir les trois flacons laveurs avec 200 cc de lessive de Soude à 40%
- Garnir les 2 ampoules filtrantes d'un tampon de coton
- S'assurer que le flacon piège est bien vide
- Purger l'appareil en faisant passer de l'air pendant 5 minutes
- Fermer le robinet d'arrêt et introduire 50 cc de chlorure de baryum ammoniacal dans l'erlen -
- Passer encore de l'air pendant 2 ou 3 minutes puis introduire sans arrêter l'expiration, par l'entonnoir à robinet, 100 cc de solution à analyser - rincer l'entonnoir avec 4 ou 5cc d'acide chlorhydrique -
- Chauffer à début d'ébullition et y maintenir durant 10 minutes.
- Fermer le robinet d'arrêt, ouvrir le robinet de l'entonnoir d'admission et retirer l'erlen contenant le chlorure de baryum et le boucher aussitôt -
- Remplacer le ballon d'attaque par un ballon propre, placer un nouvel erlen et l'appareil est à nouveau prêt à fonctionner.

III- DOSAGE DU CO³ - -

- Placer l'erlen contenant le chlorure de baryum, toujours bouché, sur bain sable tiède (50° environ) et le laisser 2h. à cette température -
- Laisser ensuite reposer à froid pendant une nuit.
- Filtrer sur papier à bande bleue.
- Laver 5 fois avec de l'eau distillée bouillie (conservée en ballon bouché)
- Placer sous l'entonnoir un becher de 250 cc et laver 5 fois avec une solution d'acide chlorhydrique à 10% -
- Porter la solution filtrée à ébullition
- Ajouter goutte à goutte, sans arrêter l'ébullition, 5 cc d'acide sulfurique au 1/2 -
- Laisser bouillir 2 minutes -
- Quand la solution est bien froide filtrer sur papier à bande bleue, laver 2 fois avec de l'eau froide - Calciner le filtre dans une nacelle tarée - peser ensuite la nacelle avec le précipité.-

--*--*--*--*--*--

S.M.-35

CALCUL DES ANALYSES	S O L S
	Sels Solubles CO ³⁻⁻

I - Poids nacelle + précipité

Tare nacelle vide

= Poids de SO⁴Ba en g

II - Déduire du poids de SO⁴Ba des éch^{ons} celui obtenu avec le "blanc"

III - Poids de SO⁴Ba en g X 429,18 X Vol.Sol^{on} d'attaque en cc
Vol. aliquote en cc X P.E. en g.

= CO³⁻⁻ meq./100 de sol séché à l'air

--*--*--*--*--*--

METHODE D'ANALYSE	S	O	L	S
	SO ⁴⁻⁻ des Sels Solubles (par Gravimétrie)			

- Prélever, avec un ballon jaugé, 100 cc de Solution percolée dans un becher de 250 cc.
- Y ajouter 20 cc d'acide chlorhydrique concentré.
- Porter à ébullition.
- Faire tiédir une solution de BaCl² à 10 %
- Quand la prise d'essai est à ébullition franche, ajouter goutte à goutte, avec une pipette, 10 cc de BaCl², de façon à ne pas arrêter l'ébullition.
- Laisser encore bouillir 5 minutes
- Laisser ensuite bien refroidir
- Pendant ce temps tarer et numérotter des nacelles en porcelaine ou en quartz.
- Filtrer la solution sur papier à bande bleue.
- Laver becher et papier, 5 fois avec HCl 10% à froid.
- Placer chaque filtre dans une nacelle tarée.
- Sécher 1h. à l'étuve
- Calciner 1/2 h. à 800 - 900°
- Laisser refroidir dans un dessicateur
- Peser la nacelle avec le précipité
- Noter sur la feuille d'analyse
- Prise d'essai
- N° et tare de la nacelle vide
- N° - " " - avec précipité.

S.M.-78/

CALCUL DES ANALYSES

S O L S

SO⁴⁻⁻
des Sels Solubles
(Gravimétrie)

I - Précipité de SO⁴Ba du blanc =

Poids capsule + Précipité, en g

- Tare capsule vide, en g

= Poids de précipité en g (a)

II - Précipité de SO⁴Ba de l'éch^{on}

Poids capsule + Précipité, en g

- Tare capsule vide, en g

= Poids de précipité en g (b)

Effectuer (b) - (a) = (c)

III - SO⁴⁻⁻ en meq pour 100 g de Sol

(c) g X 858,3 X Volume Solution percolée, en cc
Prise d'essai, en cc X Poids de Sol percolé, en g

CALCUL DES ANALYSES	S	O	L	S
	Cl^- des Sels Solubles (Méthode de VOLHARD)			

Mode de calcul convenant aux dosages effectués selon la méthode décrite au chapitre "Complexe échangeable des Sols détermination de la Capacité d'échange" p. 74 -

I - NO^3Ag consommé par le blanc

$$\begin{array}{r}
 \text{N}^{\text{cc}} \text{NO}^3\text{Ag N/20 mis en oeuvre} \\
 - \text{n}^{\text{cc}} \text{SCnA N/20 versé} \\
 \hline
 = \text{cc pour blanc} \quad (a)
 \end{array}$$

II - NO^3Ag consommé par l'échantillon

$$\begin{array}{r}
 \text{N}^{\text{cc}} \text{NO}^3\text{Ag N/20 mis en oeuvre} \\
 \text{n}^{\text{cc}} \text{SCnA N/20 versé} \\
 \hline
 = \text{cc pour échantillon} \quad (b)
 \end{array}$$

Faire $(b) - (a) = \text{cc}$

III - Cl^- meq/100 g de Sol =

$$\frac{\text{C}^{\text{cc}} \times 0,05 \times \text{Vol. Sol}^{\text{on}} \text{ percolée en cc} \times 100}{\text{Vol. prise d'essai en cc} \times \text{poids de Sol percolé, en g}}$$

METHODE D'ANALYSE	ANALYSE DES SOLS
	Sels Solubles Extraction et dosages des Cations

Prélèvement

- Garnir le fond de la colonne de percolation avec un tampon de coton hydrophile, puis 10 g de quartz.
- Réduire la totalité de l'échantillon contenu dans la boîte par passages successifs à l'échantillonneur Jones jusqu'à obtenir un poids inférieur à 40 g (environ) - Cet échantillon réduit est étalé dans un plateau et la prise d'essai est prélevée par points, sur toute l'épaisseur de la couche, en suivant les diagonales et médianes -
- Peser 20 g de sol et mélanger avec 30 g de quartz en garnir la colonne -
- Ajouter ensuite 10 g de quartz
- Préparer une colonne garnie uniquement de quartz (50 g) pour l'essai à blanc -
- Placer sous les colonnes des erlens de 500 cc à col rodé, numérotés, bouchés d'un tampon de coton -

1ère Percolation

- Placer dans le réservoir de percolation 200 cc d'alcool éthylique et régler l'écoulement à la cadence d'une goutte toutes les 2 secondes de façon à percoler les 200 cc en 3h.- Quand tout le liquide est écoulé - enlever les erlens y introduire quelques billes de verre et les placer dans les appareils à distiller - mettre le chauffage en route et le régler de façon à ne pas dépasser 85° - Chauffer jusqu'à ce qu'il ne reste plus que 20 cc environ d'alcool dans l'erien - l'alcool distillé est mis dans le flacon "alcool récupéré" - passer le liquide restant dans l'erien dans un becher de 250, en utilisant un entonnoir à tige étroite de façon à retenir les billes de verre qui pourraient être entraînées - bien laver l'erien et les billes d'un jet de pissette et joindre les eaux de lavage à la solution du becher - il faut opérer 4 lavages successifs avec de petites quantités d'eau, bien laver l'entonnoir ainsi que des billes de verre qui ont été retenues dessus -

La solution est évaporée à sec, sur bain sable à faible température - reprendre par 5 cc d'un mélange Sulfo-nitrique (80 cc d'acide sulfurique au 1/2 + 40 cc d'acide nitrique) aller à sec - reprendre par 5 cc d'acide sulfurique au 1/2 et aller à fumées blanches abondantes - reprendre par 20 cc d'eau en couvrant le becher d'un verre de montre - chauffer lentement jusqu'à dissolution complète - passer un ballon jaugé de 100 cc compléter à froid, avec de l'eau permutée, jusqu'au trait de jauge - bien agiter et boucher le ballon - Cette solution servira à la détermination de Na et K -

.../...

2ème Percolation

Aussitôt la 1ère percolation terminée, placer sous les colonnes des ballons jaugés de 250 cc et dans les réservoirs 230 cc d'eau permutée - percoler à la même vitesse que précédemment -

Quand tout le liquide est écoulé compléter le volume du percolat avec de l'eau permutée - boucher, bien agiter - Cette solution servira aux déterminations de Ca et Mg selon la méthode habituelle - (V. à dosage Ca, Mg dans les solutions de Bases échangeables au chapitre "Complexe échangeable dans les sols non calcaires et non salés.

Récupération du quartz

Enlever les Colonnes, vider le quartz et la terre sur un tamis de 1 mm et laver sur un courant d'eau pour entraîner toutes les parties fines - laver ensuite dans le cône de levigation pour séparer la terre du quartz récupéré est placé dans un becher de 2^l. quand la quantité récupérée est suffisante (environ 2 Kg) il est traité par HCl à 30% à chaud, puis lavé à l'eau et calciné pour pouvoir servir ensuite à de nouveaux essais.-

Récupération de l'alcool

L'alcool récupéré par distillation et mis dans un flacon de 10^l.

Lorsque celui-ci est plein =

- bien agiter
- prélever 100 cc (mesurer avec un ballon jaugé) les passer dans un becher de 400 cc et évaporer doucement dans l'étuve à infra-rouges.
- Reprendre le résidu par 5 cc de mélange sulfo-nitrique - aller à sec.
Reprendre par 5 cc d'acide sulfurique au 1/2 et aller à fumées blanches abondantes -
- Reprendre par 20 cc d'eau en couvrant d'un verre de montre et chauffer lentement jusqu'à dissolution complète - passer en ballon jaugé de 50 cc Compléter au volume avec de l'eau permutée - bien agiter et boucher - Cette solution servira au dosage de Na et K ayant pu être entraînés lors de la distillation.

Terminé le :

Série :

d'activité :

- E X T R A C T I O N S

$$\text{ALCOOL} = (\text{Na}, \text{K},)$$
$$\text{EAU} = (\text{Ca}, \text{Mg},)$$

Vol.
Sol^{on}-
cc

Blanc =

S. F. - 53

CALCUL DES ANALYSES	ANALYSE DES SOLS CALCAIRES OU SALES
	Sels Solubles Na et K par Photométrie de Flamme

I - Calculer la teneur en γ /cc

a) S'il n'y a pas eu de dilution =

Lecture de la courbe $\rightarrow \gamma$ /cc

----- " " " γ /cc du blanc

= Teneur éch^{on} γ /cc

b) S'il y a eu dilution

γ cc de l'éch^{on} = $\frac{\text{Lecture de la courbe X Dilution en cc}}{\text{P E en cc}}$

$\frac{\text{Lecture de la courbe X Dilution en cc}}{\text{P. E. en cc}} = \gamma$ /cc

$\frac{\text{Teneur blanc } \gamma \text{ /cc}}{\text{Teneur éch^{on} en } \gamma \text{ /cc}}$

II - Teneur en meq/100 g de sol séché à l'air

a) Conditions habituelles de percolation = 20 g de Sol

Vol. Sol^{on} percolée = 100 cc

Na meq/100 = $\frac{\text{Teneur } \gamma \text{ /cc}}{11,5}$

K meq/100 = $\frac{\text{Teneur } \gamma \text{ /cc}}{19,5}$

b) Conditions de percolations différentes =

Na meq./100 = $\frac{\text{Teneur } \gamma \text{ /cc X Vol. Sol^{on} percolée en cc}}{\text{Prise d'essai en g X 230}}$

K meq./100 = $\frac{\text{Teneur } \gamma \text{ /cc X Vol. Sol^{on} percolée en cc}}{\text{Prise d'essai en g X 390}}$

Ces deux chiffres sont inscrits dans la colonne "meq.%" de la feuille d'analyse.-

S. F. - 54

Sels Solubles
Ca et Mg par Complexométrie

Calculs établis pour Complexon N/50Ca

- 1 - N^{cc} Complexon versé pour l'échantillon
 - n^{cc} " " " le blanc = Complexon pour Ca (1)
- 2 - $\frac{cc \text{ Complexon pour Ca} \times 0,02 \times Vol. Sol^{on} \text{ en cc} \times 100}{P.E. \text{ en cc} \times Poids \text{ de Sol percolé en g.}} = Ca \text{ méq}/100 \text{ g}$

Dans les conditions habituelles =

Poids de sol percolé $\longrightarrow$ 20 g
 Volume de Solution $\longrightarrow$ 250 cc
 Prise d'essai par le dosage $\longrightarrow$ 50 cc

On a directement -

$$\frac{cc \text{ Complexon pour Ca} \times 0,5}{g} = Ca \text{ meq}/100 \text{ g/}$$

Mg

- 1 - N^{cc} Complexon versé pour l'échantillon
 - n^{cc} " " " le blanc = Complexon pour Ca + Mg (2)
- 2 - Complexon pour Ca + Mg (2)
 - " " Ca (1) = Complexon pour Mg
- Ceci dans le cas où la prise d'essai pour Ca est la même que pour Ca + Mg
- 3 - $\frac{cc \text{ Complexon pour Mg} \times 0,02 \times Vol. Sol^{on} \text{ en cc} \times 100}{P.E. \text{ en cc} \times Poids \text{ de Sol percolé en g.}} = Mg \text{ meq}/100g$

Dans les conditions habituelles

Poids de sol percolé $\longrightarrow$ 20 g
 Volume de Solution $\longrightarrow$ 250 cc
 Prise d'essai par le dosage $\longrightarrow$ 50 cc

On a directement -

$$\frac{cc \text{ Complexon pour Mg} \times 0,5}{g} = Mg \text{ meq}/100 \text{ g/}$$

Terminé le :

O R I G I N E

Série :

Dahomey

Mg

meq.

/ 100g

Blanc =

ANALYSE DES SOLS

VII.

BASES TOTALES

(Sols non Calcaires)

Principe

On appelle bases totales "les cations Ca, Mg, Na et K passant en solution lors d'une attaque par l'acide nitrique concentré, à ébullition, d'une durée de 5 h.-

- Dans la solution ainsi obtenue les hydroxydes de Fe, Al, etc... sont séparés par précipitation ammoniacale en présence d'une quantité importante de chlorure d'ammonium (pour éviter l'adsorption de Na, K, Ca ou Mg par le précipité, NH_4Cl étant plus soluble) - Par mesure de précaution les hydroxydes sont redissous et reprécipités dans les mêmes conditions -

- On fait longuement bouillir la solution (rendre acide par HCl) afin de chasser le plus possible les sels ammoniacaux -

- La solution est ensuite amenée à volume connu et l'on prend des aliquotes pour les divers dosages =

- Ca comme les ions NH_4^+ généralement le dosage complexométrique on s'en débarrasse en les déplaçant à ébullition, par une lessive de soude - le titrage complexométrique est ensuite fait comme d'habitude -
- Mg dosage complexométrique selon la méthode habituelle
- Na et K il est nécessaire, pour le dosage par photométrie de flamme, de se débarrasser des ions NH_4^+ - pour cela, 50 cc de solution sont évaporés à sec sous épi-radiateur, ce qui permet de chasser rapidement les sels ammoniacaux - le résidu est repris à l'acide chlorhydrique dilué, puis le volume initial de 50 cc est reconstitué, et on opère la photométrie de flamme de la façon habituelle.

Interférence de Ca sur Na

Dans nos conditions habituelles de travail (5 g de sol Volume 250 cc) il faut atteindre la teneur de 50 meq/100 g en Ca pour que cet élément interfère sur Na - Dans ce cas (assez rare à Lomé) nous diluons la solution destinée à la photométrie de flamme de façon à nous trouver en dessous de cette concentration.-

Précision

Ca	=	0,2	meq/100 g
Mg	=	0,2	meq/100 g
Na	=	0,35	meq/100 g
K	=	0,20	meq/100 g

Rendement

Un opérateur peut effectuer, en moyenne 20 extractions par jour, les déterminations de cations sont effectuées à la cadence suivante =

Ca et Mg = 60 dosages / jour (30 Ca et 30 Mg)

Na et K = 60 dosages / jour (30 Na et 30 K)

Produits et matériel nécessaires pour 1000 dosages à cette cadence =

Produits -

- Acide nitrique RP	45 Kg
- Chlorure d'ammonium RP	15 Kg
- Ammoniaque RP	55 Kg
- Acide chlorhydrique RP	30 Kg
- Soude en pastilles RP	5 Kg
- Complexon III (EDTA)	175 g
- Triéthanolamine	16 ^l .
- Sulfate ferreux technique	2,5 Kg
- Cyanure de Potassium RP	0,6 Kg
- Potasse caustique en pastilles RP	0,2 Kg
- Chlorure de Sodium RP	0,23 Kg
- Noir eriochrome T	1,2 g
- 30 m papier indicateur pH 9,5 à 13	
- 30 m papier indicateur pH 6,5 à 10	
- 30 m papier indicateur universel pH 1 à 13	
- 2500 papiers filtres plissés, ordinaires Ø 150 mm	

Matériel -

- 63 matras de 150 cc
- 21 entonnoirs Ø 50 mm à longue tige
- 21 entonnoirs Ø 95 mm à tige courte
- 42 bechers de 250 cc forme basse
- 42 " de 400 cc " "
- 84 ballons jaugés de 250 cc
- 50 ballons jaugés de 50 cc
- 50 bechers de 100 cc forme basse
- 50 bechers de 250 cc forme haute
- 50 bechers de 10 cc pour photomètre de flamme "Coleman"
- 50 fioles cylindro-coniques de 250 cc
- 10 barreaux aimantés
- 1 burette automatique de 20 cc
- 3 doseurs héron de 2 x 5 cc
- 1 " " de 2 x 10 cc
- 2 pipettes de 50 cc
- 1 éprouvette de 50 cc
- 1 éprouvette de 10 cc

METHODE D'ANALYSE	SOLS NON CALCAIRES
	Extraction des Bases Totales

- Peser 5 g de terre broyée dans un matras de 150 cc
- Ajouter 30 cc d'acide nitrique concentré, boucher par un entonnoir à longue tige, chauffer sur bain sable jusqu'à début d'ébullition et maintenir 5h. à cette température.
- Retirer du bain sable, laver la douille de l'entonnoir d'un jet de pissette, puis passer la solution et le résidu dans un becher de 250 cc -
- Ajouter 5 g environ de Chlorure d'Ammonium
Tiédir sur le bain sable à 60° environ, puis verser de l'Ammoniaque au 1/2 en agitant constamment jusqu'à précipitation des hydroxydes -
- Chauffer la solution jusqu'à ébullition et l'y maintenir 5 minutes -
- Filtrer sur papier courant plissé, laver abondamment (5 fois) à l'eau chaude additionnée de 10 g/l de Chlorure d'Ammonium -
- La solution filtrée est mise à évaporer -
- Le précipité et le filtre sont placés dans le becher de 250 cc -
- Ajouter 50 cc d'eau et 5 cc d'acide chlorhydrique bien agiter avec une tige de verre en déchiquetant le papier, quand tout le précipité est redissout ajouter 5 g environ de Chlorure d'Ammonium, et précipiter à nouveau les hydrates avec l'Ammoniaque au 1/2 - Faire bouillir 5 minutes et filtrer sur papier ordinaire plissé - laver 5 fois avec de l'eau chaude additionnée de 10 g/l de Chlorure d'Ammonium -
La solution filtrée est jointe à la 1ère qui est entrain d'évaporer.
- Ajouter HCl en quantité suffisante pour être à pH 4-7 (touches au papier indicateur universel) puis 10 cc d'acide chlorhydrique concentré en excès -
- Faire bouillir 15 minutes la solution acide.
- Passer la solution en ballon jaugé de 250 cc (concentrer si nécessaire) .
- Laisser bien refroidir, compléter le volume avec de l'eau - bien agiter
- Cette solution servira aux dosages de Ca, Mg, Na, K

BASES TOTALES (Sols non cal-
EXTRACTION caires)

Opérateur :

Commencé le :

Terminé le :

Nature et origine des échantillons

Demandeur :

Nbre d'échant.

Série :

N° Labo	N° d' ordre	P.E g	Attaque Date	Volume Sol-on cc	Sol-on pour Ca-Mg Date	Prélèvt pour Fe cc	1e 0 Date	2e 0 Date	mis à évapo- rer Date	Reprise Vol. cc	Date

Blanc =

Transcrit le, ...

S. F. - 26

PREPARATION DES SOLUTIONS

S O L S

Ca et Mg par Complexométrie
(Bases Echangeables, Bases
Totales, Analyses Générales)

Triéthanolamine 50%

Mesurer 500 cc de Triéthanolamine dans un ballon jaugé de 1^l.
Compléter à 1^l avec eau déminéralisée -
Mettre en flacon de verre jaune.

KOH, 3N

- Peser 160 g de Potasse en pastilles, les mettre dans un becher de 2^l. -
Lui-même placé dans un bain réfrigérant -
- Mesurer 1^l d'eau déminéralisée dans une éprouvette.
- Mettre des lunettes de protection
- Verser lentement l'eau dans le becher contenant la Potasse continuellement jusqu'à dissolution - (Attention aux projections).
- Laisser bien refroidir
- Mettre dans des flacons de polyéthylène de 250 cc.

Lessive de Soude à 40%

- Peser 400 g de Soude caustique RP dans une capsule de porcelaine
- Placer 800 cc d'eau permutée dans un becher de 2^l (sur lequel on a tracé un trait de repère à hauteur du volume 1^l - mettre ce becher dans un bain refroidisseur -
- Mettre des lunettes de protection
- Faire tomber lentement les pastilles de Soude dans l'eau du becher en agitant constamment -
- Quand toute la Soude est dissoute, laisser refroidir la solution, compléter avec de l'eau jusqu'au volume de 1^l (trait de repère sur le becher - bien agiter et passer en flacon bouché par du plastique ou du caoutchouc - (jamais de bouchon de verre avec la Soude).

Réactif de Patton et Reeder

- Peser dans un mortier de porcelaine 50 g de Chlorure de Sodium
- Peser ensuite 50 mg de Réactif de Patton et Reeder
- Broyer pour bien homogénéiser
- Conserver en boîte plastique

**Tampou Magnésium
(pour Cyanure)**

- Fabriquer par 5^l.

Peser 125 g de Chlorure d'Ammonium

Mesurer 1,250 d'Ammoniaque concentrée

1,250 de Triéthanolamine

2,500 d'Eau déminéralisée

Bien agiter -

- Passer dans des flacons de 1^l.

Cyanure de Potassium

Produit très dangereux à manipuler avec beaucoup de précautions - mettre gants et lunettes.

- Fabriquer par 1^l.

Peser 50 g de Cyanure de Potassium dans un becher de 1^l.

Ajouter 800 cc d'eau - Faire dissoudre à froid en agitant -

Passer dans un ballon de 1^l. - Laver ce becher et faire volume à 1^l.

- Mettre en flacons polyéthylène de 100 cc
- Noter sur chaque flacon la date de préparation
- Garder ces flacons dans une armoire fermée à clef
- Donner aux opérateurs un seul flacon à la fois contre remise d'un flacon vide.

Noir Eriochrome T

- Peser 50 mg de Noir Eriochrome T
- Placer dans un mortier de porcelaine avec 50 g de Chlorure de Sodium
- Broyer pour obtenir un bon mélange homogène
- Placer dans une boîte de plastique

Complexon N/50

Voir préparation et contrôle à "Solenti . . . litres".

METHODE D'ANALYSE	SOLS NON CALCAIRES
	Ca par Complexométrie dans les solutions d'ex- traction des Bases Totales

- 1 - Prélever, avec une pipette, 50 cc de solution d'extraction et les placer dans un becher de 250 cc forme haute -
- 2 - Ajouter 10 cc de lessive de soude à 40% et quelques billes de verre -
- 3 - Porter à ébullition et y maintenir 15 minutes -
- 4 - Laisser bien refroidir, puis ajouter lentement de l'acide chlorhydrique concentré, en agitant jusqu'à ce que la solution soit légèrement acide (opérer des touches au papier indicateur universel jusqu'à avoir un pH plus petit que 7) - Laisser bien refroidir -
- 5 - Ajouter 5 cc de Triéthanolamine à 50% -
- 6 - Ajouter goutte à goutte KOH 3N jusqu'à pH 13 (vérifier en faisant des touches au papier indicateur).
- 7 - Ajouter un tout petit peu de réactif de Patton et Reeder -
- 8 - Titrer par Complexon N/50 jusqu'à virage au bleu - vert.
- 9 - Noter sur la feuille d'analyse le volume de la prise d'essai et le nombre de cc de Complexon versé.

Attention - Lorsqu'on ajoute KOH 3N, il peut se produire un précipité qui ne disparaît pas - dans ce cas arrêter ce dosage et prévenir le Chef de Laboratoire.

S.M.- 24/

CALCUL DES ANALYSES

SOLS NON CALCAIRES

BASES TOTALES
Ca par Complexométrie

Conditions de calcul valables pour =

- Poids de Sol attaqué = 5 g
- Vol. Solution d'attaque = 250 cc

- 1 - Déduire du Vol. de Complexon versé (a) la quantité utilisée pour le blanc $\rightarrow$ Complexon pour Ca = (b)
- 2 - Si la prise d'essai est 50 cc (généralité des cas)
(b) X 2 $\rightarrow$ Ca meq/100 g
- 3 - Si la prise d'essai n'est pas 50 cc
 - Nombre de cc. de Complexon versé $\frac{X \ 2 \ X \ 50}{\text{Nbre de cc de P.E.}} = \text{Ca meq/100 g}$

N.B.- Si les conditions d'extraction =

- Poids de Sol attaqué
- Volume de la Solution d'attaque

sont différentes de 5 g et 250 cc, demander des instructions au Chef de Laboratoire.-

--++--++--++--++--

Mg par Complexométrie
(dans les solutions d'extraction des Bases Totales)

Dosage de la Somme Ca + Mg

- 1 - Prélever, avec une pipette, 50 cc de Sol^{on} d'extraction et les placer dans un erlen de 250 cc -
- 2 - Ajouter goutte à goutte, du Tampon magnésium (pour Cyanure), jusqu'à obtenir pH 9 à 10 - (Vérifier en faisant des touches au papier indicateur).
- 3 - Ajouter alors 30 cc de Tampon Mg (pour Cyanure) mesurés avec une éprouvette.
- 4 - Ajouter ensuite 5 cc de solution de Cyanure de Potassium à 10% - Attention cette solution est très dangereuse, mesurer avec une éprouvette réservée à cela et prendre beaucoup de précautions - une très petite quantité peut tuer un homme.
- 5 - Ajouter un tout petit peu de Noir Eriochrome T (avec la mesure qui est dans la boîte) -
- 6 - Titrer avec une solution de Complexon N/50 - La solution passe du Bleu au Vert.
- 7 - Avant la fin du virage, quand la solution commence de changer de couleur, ajouter 10 cc d'ammoniaque concentrée.
Les dernières gouttes de Complexon doivent être ajoutées très lente-ment.
- 8 - Après le dosage - Verser la solution que l'on vient d'analyser dans une bonbonne de dénaturation", jamais dans l'évier, puis se laver les mains soigneusement.
- 9 - Attention - Si la solution prend une teinte marron - arrêter le dosage et prévenir le Chef de Laboratoire.-

--*--*--*--*--*--

Conditions de calcul valables pour :

- Poids de sol attaqué = 5 g
- Vol. Solution d'attaque = 250 cc

- 1 - Vérifier si la prise d'essai pour Ca et Mg est la même (50 cc en général) -

Dans le cas où les deux prises d'essai ne sont pas du même nombre de cc - Demander des instructions au Chef de Laboratoire.

- 2 - Déduire du volume de complexon versé, (c) la quantité utilisée pour l'essai à blanc ____ Ncc complexon pour Mg + Ca (d)

- 3 - Faire la soustraction :

Nombre de cc de Complexon versés pour Mg + Ca (d)

moins

" " " " " " " Ca (b)

- 4 - Si la prise d'essai est 50 cm³

Résultat de la soustraction (e) X 2 = Mg meq/100 g

Si la prise d'essai est autre que 50 cm³

Résultat de la soustraction $\frac{X 2 X 50}{\text{Nbre cc de la P.E.}}$ = Mg meq/100 g

N.B.- Si les conditions d'extraction = - poids de Sol attaqué
- volume de Solution d'attaque

sont différentes de 5 g et 250 cc demander des instructions au Chef de Laboratoire.-

--+++=+=+=+--

METHODE D'ANALYSE	S O L S
	Na et K dans les Solons d'extraction des Bases Totales

- Prélever 50 cc de solution d'extraction dans un becher forme basse de 100 cc -
 - Placer le becher sur une plaque chauffante, recouvrir d'un épi-radiateur et chauffer lentement d'abord jusqu'à siccité (se méfier lorsqu'il n'y a que très peu de liquide, c'est le moment où on risque d'avoir des projections) -
- Ensuite chauffer très fort pour chasser tous les sels ammoniacaux -
- Reprendre par 15 cc d'acide chlorhydrique au 1/2, recouvrir d'un verre de montre, et chauffer doucement au bain-sable jusqu'à redissolution complète -
 - Laisser refroidir, passer la solution dans un ballon jaugé de 50 cc (en utilisant un petit entonnoir) - bien rincer le becher et le verre de montre à l'eau distillée - Compléter le volume à 50 cc, bien agiter -
 - Passer au photomètre de flamme selon la méthode habituelle indiquée au chapitre "Complexe échangeable" pour la détermination de Na et K +

CALCUL DES ANALYSES	S O L S
	Na et K Bases Totales

- Rechercher sur le tableau correspondant à la courbe utilisée, la teneur en γ /cc

- S'il y a eu dilution

$$\frac{\text{Teneur en } \gamma/\text{cc} \times \text{Vol. dilution en cc}}{\text{Vol. P.E en cc}} = \text{Teneur } \gamma/\text{cc de la Solution}$$

- még. Na pour 100 g de Sol =

$$- \frac{\text{Teneur } \gamma/\text{cc de la Solution} \times \text{Vol. Sol}^{\text{on}} \text{ en cc}}{\text{Pds de Sol attaqué en g} \times 230}$$

- még. K pour 100 g de Sol =

$$- \frac{\text{Teneur } \gamma/\text{cc de la Solution} \times \text{Vol. Sol}^{\text{on}} \text{ en cc}}{\text{Pds de Sol attaqué en g} \times 390}$$

==+==+==+==+==+==+==+==+==

Terminé le :

Série :

DAHOMEY

mea

8 / 10

Blanc =

S.F.-27

ANALYSE DES SOLS

VIII

Fer Total

Trois méthodes de dosage du fer peuvent être utilisées en fonction de la teneur présumée et du mode d'attaque utilisé -

I- Dans la majorité des cas nous opérons une attaque chlorhydrique suivie d'une réduction de Fe^{+++} au Chlorure Stanneux et oxydation de Fe^{++} par une solution titrée de Bichromate de Potasse -

Cette méthode, rapide et sûre, est également utilisée sur les solutions d'analyse générale après attaque triacide -

II- Quand, pour la mise en solution, on a utilisé un récipient de platine (attaque de Berzelius suivie de reprise du résidu par fusion au pyrosulfate dans le cas d'un dosage rapide, ou solution d'analyse générale obtenue par fusion alcaline) le dosage par le bichromate ne doit pas être utilisé car les chiffres seront fortement erronés - En effet, une petite quantité de platine en solution (0,5 mg suffisent) rend difficile la réduction de Fe^{+++} (coloration jaune orangé constante) d'où risque d'excès trop grand de ce réactif qui gêne le dosage - De plus, pour une cause non déterminée, nous avons souvent constaté que cette présence de traces de platine gêne considérablement le titrage de Fe^{++} par $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$, et le rend même parfois absolument impossible -

Dans ce cas nous dosons le fer par iodométrie -

Le dosage est plus long et plus délicat à réaliser mais la précision et la fidélité de la méthode sont excellentes -

III- Lors de teneurs très faibles on peut, sur une solution d'attaque habituelle, opérer le dosage colorimétrique de l'ortho-phenantroline ferreuse décrite au chapitre suivant "Fer Libre" -

GENERALITES	S O L S
	Fe Total par Volumétrie au Bichromate de Potas- sium

Principe

Par attaque chlorhydrique tout le fer est mis en solution à condition que le broyage de l'échantillon soit suffisant (0,1 mm) et que l'attaque soit menée à faible température (80° environ) afin d'éviter toute dilution de l'acide par perte d'HCl - Pour obtenir une bonne attaque il est nécessaire de l'effectuer sur un temps assez long 10h. en général 24h. parfois - dans ces conditions seule la chromite risque d'être inattaquée - (il faudrait dans ce cas opérer une attaque perchlorique) -

Le chlorure ferrique est réduit, à chaud et en milieu acide, à l'état ferreux par un léger excès de chlorure stanneux (cet excès étant réoxydé par du chlorure mercurique) - on opère ensuite la réoxydation du Fe^{++} par une solution titrée de bichromate de potassium N/50 en utilisant la diphenylamine sulfonate de baryum comme indicateur de fin de réaction - nous complexons le Fe^{+++} formé par de l'acide phosphorique afin de n'être pas gêné par sa coloration (ce qui a également l'avantage de favoriser l'oxydation de Fe^{++}) -

Nous ne séparons pas le résidu d'attaque car il ne gêne pas pour le dosage, même en présence d'importantes quantités de matières organiques. (Voir la note jointe à notre rapport sur les travaux effectués au laboratoire du Centre ORSTOM de Fort-Lamy en Août-Septembre 1965)

Précision

Dans les conditions habituelles 2 gouttes de réactif donnent une précision de 0,16 ‰ de Fe^{2O_3}

Rendement

Un opérateur bien expérimenté peut effectuer 40 analyses par jour -

Produits et matériel nécessaires pour 1000 dosages à cette cadence

Produits - 250 g Chlorure stanneux RP
33 Kg Acide chlorhydrique RP
825 g Chlorure mercurique RP
1 g Diphenylamine sulfonate de baryum
16 Kg Acide phosphorique RP
17 Kg Acide sulfurique RP
40^l Solution titrée de bichromate de Potassium N/50

Matériel - 90 Erlen de 250
90 Verres de montre Ø 45 mm
2 Eprouvettes graduées de 25 cc
1 " " de 15 cc
1 Burette graduée de 50 cc en 1/20 de cc

- Chlorure Stanneux

- Peser 20 g de chlorure Stanneux dans un becher de 400 cc -
- Ajouter 100 cc d'acide chlorhydrique au 1/2
- Tiédir pour dissoudre (sous verre de montre)
- Passer dans un flacon de verre jaune
- Mettre dans le flacon 2 ou 3 grenailles d'étain métallique.

- Chlorure mercurique

- Peser 50 g de chlorure mercurique dans un becher de 500 cc - dissoudre avec 1000 cc d'eau -

- Diphénylamine Sulfonate de Baryum

- Peser 0^g, 200 de diphénylamine sulfonate de baryum et faire dissoudre dans 100 cc d'eau - Conserver en flacon de verre jaune -

- Mélange sulfo-phosphorique

- Mélanger 300 cc d'acide ortho-phosphorique et 600 cc d'acide sulfurique au 1/2 -

- Bichromate de potassium N/50

- Voir à "Solutions titrées"

--+--+--+--+--+--

- Peser 1g de sol, broyé à 0,1mm, dans un erlen, sans bec, de 250 cc.
- Ajouter 25 cc d'acide chlorhydrique, couvrir d'un verre de montre, et attaquer très lentement sur bain sable pendant 24^h. - La solution doit être à environ 80° et ne jamais bouillir.
- Préparer un erlen de 500 cc contenant environ 200 cc d'eau, une éprouvette pour le chlorure mercurique (15 cc), une autre pour le mélange sulfo-phosphorique (25 cc) - remplir la burette de bichromate de potassium N/50.

Les opérations suivantes sont faites très rapidement =

- Retirer l'erlen du bain sable,
- Rincer le verre de montre avec très peu d'eau (1 cc environ)
- Ajouter aussitôt le chlorure stanneux goutte à goutte jusqu'à décoloration, ajouter 1 goutte en excès.
- D'un jet de pissette passer le contenu du vase d'attaque dans l'erlen de 500 cc, bien laver les parois -
- Ajouter 15 cc de chlorure mercurique
- Agiter 2 secondes
- *Ajouter 25 cc de mélange sulfo-phosphorique - bien agiter*
- Ajouter 8 gouttes de Diphénylamine Sulfonate de Baryum
- Titrer avec le Bichromate de Potassium N/50 jusqu'à coloration violette. -

Fe total

- Si on a utilisé du bichromate de Potassium N/50 =

$$\text{Fe} = \frac{n^{\text{cc}} \times 1,12}{\text{P.E. en g.}} = \text{Fe } \text{‰‰}$$

$$\text{Fe}^{2\text{O}^3} = \frac{n^{\text{cc}} \times 1,6}{\text{P.E. en g}} = \text{Fe}^{2\text{O}^3} \text{ ‰‰}$$

- Si on a utilisé du bichromate de Potassium N/10 =

$$\text{Fe} = \frac{n^{\text{cc}} \times 5,6}{\text{P.E. en g}} = \text{Fe } \text{‰‰}$$

$$\text{Fe}^{2\text{O}^3} = \frac{n^{\text{cc}} \times 8}{\text{P.E. en g}} = \text{Fe}^{2\text{O}^3} \text{ ‰‰}$$

F E 2 TOTAL

Opérateur :

Commencé le :

Terminé le :

ORIGINE

Relevé

Transmis le

Nbre d'échant.

Série :

d'activité

Togo

Dahomey

N°

N°

Prise

Volume

Fe

Dates

OBSERVATIONS

Labo. d'ordre d'essai

Cr²⁰⁷K²

%

Pesée

Attaque

Dosage

N/50

S-6

Témoin

GENERALITES	S O L S
	Fe Total par iodométrie

Principe

Le fer oxydé au maximum est amené sous forme de Chlorure ferrique - celui-ci est réduit par l'iodure de Potassium avec libération d'iode -

L'iode libérée et regroupée dans un globule de Sulfure de Carbone et dosée par une solution titrée d'hyposulfite de Sodium



Précision

Sur 0,5 g de Prise d'essai, avec une solution N/20 d'hyposulfite on a une précision de $\pm 0,028 \%$ Fe

Rendement

Partant de solutions d'attaques, un opérateur peut effectuer 20 dosages par jour -

Produits et matériel nécessaires pour 1000 dosages à cette cadence -

Produits -

Ammoniaque RP	30 Kg
Acide chlorhydrique RP	25 Kg
Carbonate de Soude anhydre RP	15 Kg
Bicarbonate de Soude RP	2 Kg
Iodure de Potassium RP	3,5 Kg
Sulfure de Carbone RP	12 ^l .
Hyposulfite de Sodion Solution titrée N/20	20 ^l .
1100 filtres plat "bande rouge" ϕ 110 mm	
1100 filtres courants plissés ϕ 125 mm	

Matériel

- 20 erlenmeyers de 500 bouches émeri (rodages normalisés 29/32)
- 20 entonnoirs ϕ 70 mm à tige courte
- 20 bechers de 250 forme basse
- 20 bechers de 400 " "

METHODE D'ANALYSE	S O L S
	Fe Total par iodométrie

Une aliquote de la solution d'attaque correspondant à 0,5 g ou 0,1g selon la teneur présumée est placée dans un becher de 250 cc on ajoute 1 cc d'acide nitrique pour peroxyder et chauffe quelques minutes - diluer avec de l'eau à 100 cc environ, puis ajouter de l'ammoniaque concentré jusqu'à précipitation complète des hydroxydes - on chauffe légèrement pour rassembler le précipité que l'on filtre ensuite sur papier plat (bande rouge) on lave 4 fois à l'eau bouillante -

La solution filtrée est jetée -

Le filtre contenant le précipité est remis dans le becher de 250, on ajoute 10 cc d'acide chlorhydrique et fait bouillir un instant pour tout redissoudre - on étend avec 150 cc d'eau bouillante et filtre très chaud sur papier plissé courant - en recueillant le filtrat dans un erlenmeyer de 500 cc bouchant à l'émeri - on lave soigneusement, dans le becher le premier papier filtre (qui a été déchiqueté avec l'agitateur) avec quelques gouttes d'acide chlorhydrique et de l'eau bouillante puis on passe le tout sur l'entonnoir et lave encore 4 fois à l'eau bouillante -

- On laisse refroidir la solution filtrée
- On la neutralise ensuite en ajoutant du bout de la spatule de petites fractions de carbonate de Soude anhydre, jusqu'à commencement de précipitation des hydroxydes de fer -
- On ajoute alors 5cc d'acide chlorhydrique concentré, puis 3 g environ d'iodure de Potassium en cristaux et 10 cc de Sulfure de Carbone (RP) -
- On bouche et agite vigoureusement - le sulfure de carbone rassemble l'iode libérée (qui correspond au Fe contenu) - on ajoute une très petite pincée de Bicarbonate de Sodium (pour maintenir un atmosphère inerte), bouche l'erlen et laisse reposer 15 minute à l'obscurité -
- Garnir une burette avec une solution d'hyposulfite de Sodium N/20 -
- Titrer en versant goutte à goutte l'hyposulfite dans l'erlen et en agitant vigoureusement de temps à autre jusqu'à décoloration complète du globule d'iode -

S.M.-84

CALCUL DES ANALYSES	S O L S
	Fe total par iodométrie

Si on utilise $\text{S}^2\text{O}^3\text{Na}^2$ N/20

$$\frac{n^{\text{cc}} \text{S}^2\text{O}^3\text{Na}^2 \times 0,28 \times \text{Volume solution d'attaque en cc}}{\text{Volume aliquote en cc} \times \text{Prise d'essai en g}} = \text{Fe } \text{°/°}$$

$$\frac{n^{\text{cc}} \text{S}^2\text{O}^3\text{Na}^2 \times 0,8 \times \text{Volume solution d'attaque en cc}}{\text{Volume aliquote en cc} \times \text{Prise d'essai en g}} = \text{Fe}^2\text{O}^3 \text{ °/°}$$

Si on utilise $\text{S}^2\text{O}^3\text{Na}^2$ N/10

Mêmes calculs mais en utilisant les coefficients

0,56 (au lieu de 0,28) pour Fe

et 1,60 (au lieu de 0,80) pour Fe^2O^3

ANALYSE DES SOLS

IX

Fe Libre (Méth. B.C. Deb)

Une fois la mise en solution effectuée selon la méthode Deb, le fer est dosé.

A - par Volumétrie pour les teneurs $> 6\%$ de Fe^{2+}

B - par Colorimétrie pour les teneurs $< 6\%$ de Fe^{2+}

A - Teneurs $> 6\%$ Fe^{2+} (Volumétrie)

Principe :

La solution doit être débarrassée de la matière organique par oxydation nitro-sulfurique -

L'on chasse ensuite toutes traces de NO_3^- par une dernière évaporation sulfurique -

La solution est ensuite additionnée d'acide chlorhydrique, chauffée pour chasser les traces de SO_2 provenant de l'attaque sulfurique, puis le fer est réduit par le chlorure stanneux et réoxydé par une solution titrée de bichromate de Potassium (après avoir oxydé l'excès de chlorure stanneux par un excès de chlorure mercurique).

Précision

Dans ces conditions de l'analyse 0,03 % de Fe^{2+}

Rendement

En raison de la complexité de l'attaque et du temps nécessaire pour l'oxydation de la matière organique, un opérateur ne peut effectuer que 4 dosages par jour (série de 16 en 4 jours) -

Produits et matériel nécessaires pour 1000 dosages à cette cadence

Produits

Hydrosulfite de Sodium	7 Kg
Acétate de Sodium	23 Kg
Tartrate de Sodium	4 Kg
Acide chlorhydrique	18 Kg
Acide sulfurique	28 Kg
Acide nitrique	15 Kg
Acide phosphorique	17 Kg
Chlorure stanneux	120 g
Etain en grenailles	20 g
Chlorure mercurique	850 g
Diphenylamine sulfonate de Baryum	1 g
Solution titrée de Bichromate de Potassium N/50	10 ¹

Matériel

- 12 Tubes de centrifugeuse contenance 75 cc
- 16 Bechers de 400 forme basse
- 16 Verres de montre $\varnothing$ 95 mm
- 16 Erlen de 500 cc à large ouverture
- 5 Barreaux pour agitateur magnétique
- 2 Barils de 5^l à robinet
- 2 Eprouvettes de 50 cc
- 2 Eprouvettes de 10 cc
- 1 " de 15 cc
- 1 " de 25 cc

- Solution de Tartrate - Acétate de Sodium.
 - Peser dans un becher =
 - 136 g d'acétate de Sodium
 - 23 g de tartrate de Sodium
 - Dissoudre à l'eau et faire volume à 1^l. -
- Acide chlorhydrique N/20
 - Verser 17 cc d'acide chlorhydrique concentré, dans un ballon jaugé de 1^l.
 - Compléter le volume à 1^l. avec de l'eau distillée -
- Chlorure Stanneux
 - Peser 20 g de chlorure Stanneux dans un becher de 400 cc -
 - Ajouter 100 cc d'acide chlorhydrique au 1/2
 - Tiédir pour dissoudre (sous verre de montre)
 - Passer dans un flacon de verre jaune
 - Mettre dans le flacon 2 ou 3 grenailles d'étain métallique.
- Chlorure mercurique
 - Peser 50 g de chlorure mercurique dans un becher de 500 cc -
 - Dissoudre avec 1000 cc d'eau -
- Diphénylamine Sulfonate de Baryum
 - Peser 0,200 de diphénylamine sulfonate de baryum et faire dissoudre dans 100 cc d'eau - Conserver en flacon de verre jaune -
- Mélange sulfo-phosphorique
 - Mélanger 300 cc d'acide ortho-phosphorique et 600 cc d'acide sulfurique au 1/2 -
- Bichromate de Potassium N/50
 - Voir à "Solutions titrées"

-==*==*==*==*==*==*-

A - Mise en solution

- 1 - Peser 1 g de terre broyée dans un tube de centrifugeuse
- 2 - Ajouter 50 cc de solution de tartrato-acétate de sodium
- 3 - Agiter énergiquement avec un agitateur
- 4 - Ajouter 2 g d'hydrosulfite de sodium (avec la mesure prévue à cet effet)
- 5 - Placer le tube sur bain marie réglé à 60°
- 6 - Maintenir 1h. à cette température en agitant de temps à autre -
- 7 - Centrifuger 5 min. à 4000 tours/minute -
- 8 - Décantier le contenu des tubes dans des bechers de 400 cc numérotés
- 9 - Reprendre le culot en ajoutant dans le tube à centrifuger 50 cc d'acide chlorhydrique $\sim$ N/20, et chauffer 20 minutes à 60° sur bain marie -
- 10 - Centrifuger 5 minutes à 4000 tours/minute
- 11 - Décantier la solution claire en joignant à la 1^{re} solution, dans le même becher -
- 12 - Faire un 2^e traitement à l'hydrosulfite puis acide chlorhydrique $\sim$ N/20 en reprenant les opérations n°s 2 à 11 - Les solutions de décantations étant toutes réunies, pour un même échantillon, dans le même becher - ce becher est constamment maintenu sur bain sable où il évapore durant la durée du traitement -
- Après ce 2^e traitement le résidu dans le tube doit être blanchâtre - si non un 3^e traitement de la même façon est nécessaire -

B - Oxydation

- Une fois la mise en solution terminée ajouter dans les bechers 10 cc d'acide sulfurique au 1/2 et évaporer sur bain sable chaud jusqu'à fumées blanches sulfuriques -
- Descendre les bechers, recouvrir d'un verre de montre et ajouter, goutte à goutte, 10 cc d'acide nitrique - Lorsque la réaction est calmée retirer les verres de montre après les avoir rincé d'un jet de pissotte et aller à nouveau à fumées blanches -
- Descendre les bechers - Laisser refroidir - Ajouter 5 cc d'eau - Bien agiter pour reprendre la masse et chauffer à nouveau jusqu'à apparition des fumées blanches -
- Reprendre une 2^e fois avec 20 cc d'eau + 10 cc d'acide chlorhydrique concentré - Recouvrir d'un verre de montre -
- Chauffer pour redissoudre les sels - et amener à 80° environ -

..../.

...(suite)... S.N.-44

C - Titrage

- Préparer un erlen de 500 cc contenant environ 200 cc d'eau, une éprouvette pour le chlorure mercurique (15 cc), une autre pour le mélange sulfo-phosphorique (25 cc) - remplir la burette de bichromate de potassium N/50.

Les opérations suivantes sont faites très rapidement =

- Retirer le becher du bain sable,
- Rincer le verre de montre avec très peu d'eau (1 cc environ)
- Ajouter aussitôt le chlorure stanneux goutte à goutte jusqu'à décoloration, ajouter 1 goutte en excès.
- D'un jet de pissette passer le contenu du vase d'attaque dans l'erlen de 500 cc, bien laver les parois -
- Ajouter 15 cc de chlorure mercurique
- Agiter 2 secondes
- Ajouter 25 cc de mélange sulfo-phosphorique, bien agiter
- Ajouter 8 gouttes de Diphénylamine sulfonate de Baryum
- Titrer avec le Bichromate de Potassium N/50 jusqu'à coloration violette.-

--*--*--*--*--*--*--

S.M.-56

CALCUL DES ANALYSES	S O L S
	Fe Libre

Si le résultat est demandé en Fe^{2+3}

$$\frac{1,6 \times \frac{n^{\text{cc}}}{\text{P.E en g}} \text{Cr}^{2+7}\text{K}^2 \text{ N/50}}{=} = \text{Fe}^{2+3} \text{ } \text{‰‰}$$

Si le résultat est demandé en Fe

$$\frac{1,12 \times \frac{n^{\text{cc}}}{\text{P.E en g}} \text{Cr}^{2+7}\text{K}^2 \text{ N/50}}{=} = \text{Fe} \text{ } \text{‰‰}$$

FER LIBRE
(Volumétrie)

Opérateur :

Commencé le :

Terminé le :

O R I - G I N E

Nbre
d'Ech-^{ons}

Transmis le :

Relevé
d'activité :

Série :

TOGO

DAHOMY

P.E
g

Volume
Cr²⁰⁷K²
N/50

Fe²⁰³
%/cc

Posée

D A T E S

A t t a q u e s

Dosage

OBSERVATIONS

N°
Labo
S-6

N°
d'ordre

1

2

3

S.F.-37

B - Teneurs 46% de Fe^{2+} (Fe_2O_3) (Colorimétrie)

Principe

La mise en solution est effectuée de la même façon que dans la méthode précédente (dosage volumétrique) -

La détermination colorimétrique est faite sur une aliquote de la solution - Les réactifs de l'attaque ne gênent pas (aux dilutions ou nous opérons) il est inutile d'aller à sec et de détruire la matière organique.

Le fer est réduit par une solution d'hydroquinone et on développe ensuite le complexe rouge que donne Fe^{++} avec l'O.phenantroline -

Le complexe est stable, la coloration est indépendante dans une large mesure du pH ou des quantités de réactifs en présence, mais néanmoins il est nécessaire, pour obtenir des résultats bien comparables de suivre strictement le mode opératoire -

(= Ordre d'addition des réactifs, volumes, temps -)

La loi de LAMBERT-BEER est parfaitement suivie pour les teneurs de 0,8 g/cc à 5,2 g/cc de Fe_2O_3 dans cette bande de volumes on peut donc se contenter, avec chaque série d'étalonner l'appareil sur deux points seulement -

Précision

Dans les conditions où nous opérons 0,2% de Fe_2O_3 toutefois l'utilisation d'un spectrophotomètre nous permettant d'augmenter cette précision -

Rendement

Un opérateur effectue 6,4 dosages par jour (série de 16 en 2 jours 1/2)

Produits et matériel nécessaires pour 1000 dosages à cette cadence

<u>Produits</u> =	Hydrosulfite de Sodium	7 Kg
	Acétate de Sodium RP	23 Kg
	Tartrate de Sodium pur cristallisé .	4 Kg
	Acide chlorhydrique RP	15 Kg
	Acétate de Sodium RP	750 g
	Acide acétique RP	1 Kg
	Hydroquinone	40 g
	O.phenantroline	20 g

Matériel =

12 Tubes de centrifugeuse de 75 cc
16 Ballons jaugés de 500 cc
16 Bouchons n°16
18 Ballons jaugés de 200 cc
18 Bouchons n°13
2 Eprouvettes de 10 cc
1 Burette de 25 cc
3 Cuves pour colorimètre Gallenkamp
1 Pipette de 5 cc
1 " de 10 cc
2 Barils de 5^l. à robinet
2 Eprouvettes de 50 cc

PREPARATION DES SOLUTIONS	S O L S
	Fer Libre Extraction et dosage Colorimétrique

- Solution de Tartrate - Acétate de Sodium

- Peser dans un becher =
 - 136 g d'Acétate de Sodium
 - 23 g de Tartrate de Sodium
- Dissoudre à l'eau et faire volume à 1^l.

- Acide chlorhydrique N/20

- Verser 17 cc d'acide chlorhydrique concentré, dans un ballon jaugé de 1^l.
- Compléter le volume à 1^l avec de l'eau distillée -

- Solution d'Acétate de Sodium 2 M

- Peser 272 g d'Acétate de Sodium RP dans un becher de 1^l.
- Dissoudre avec 500 cc d'eau environ
- Ajouter lentement, et gouttes à gouttes à la fin, de l'acide acétique RP jusqu'à obtenir un pH de 3,5
(il faut environ 300 cc d'acide acétique)
- Compléter le volume à 1^l avec de l'eau distillée

- Solution d'Hydroquinone

a) Solution acétique/acétate pour l'Hydroquinone

Peser 4,8 g d'Acétate de Sodium - Dissoudre à l'eau distillée, passer dans un ballon jaugé d'un litre, ajouter 4 cc d'acide acétique et compléter à 1 litre avec eau distillée -

b) Solution d'Hydroquinone

Se prépare au moment de l'emploi en mettant dans un petit becher de 100 cc environ 1 g d'Hydroquinone et 50 cc de "Solution acétique/Acétate" - bien agiter pour dissoudre - il doit rester quelques cristaux non dissous au fond du becher -

Cette solution ne se conserve pas plus d'une journée -

- Solution d'O.phenantroline à 1 %

- Peser 1 g d'Ortho-phenantroline dissoudre dans 100 cc d'eau + 2 cc d'acide chlorhydrique -
- Conserver en flacon de verre jaune.

METHODE D'ANALYSE	S O L S
	Fe Libre Dosage Colorimétrique après Extraction

Opérer la mise en solution de la façon habituelle, telle que décrite dans la méthode.

Les solutions d'extraction sont remises dans un ballon jaugé de 500 cc - Compléter le volume au trait de jauge avec de l'eau distillée -

Agiter très soigneusement pour bien homogénéiser

- Préparer des fioles jaugées de 200 cc (avec bouchons) les laver avec de l'acide chlorhydrique au 1/2, puis rincer à l'eau distillée - Préparer deux fioles de plus, elles serviront à l'établissement des deux solutions témoins = 0 et 3 γ /cc - Laver également à l'acide chlorhydrique les 2 éprouvettes de 10 cc et la burette qui serviront à mesurer les réactifs -
- Prélever très exactement, avec une pipette, 5 cc de Solution d'extraction et les placer en fioles jaugées de 200 cc -
- Placer dans la fiole " Témoin 0 " environ 5 cc d'eau distillée
- Mesurer très exactement 10 cc de Solution Etalon de Fe à 60 γ /cc et les placer dans la fiole " Témoin 3 γ /cc "
- Ajouter ensuite dans les fioles " Témoins " et les fioles " Echantillons " les quantités de réactifs ci-dessous (dans l'ordre indiqué) =
 - 8 cc d'acétate de Sodium ~ 2 M - mesurés avec une éprouvette - bien agiter -
 - 8 cc de Solution d'Hydroquinone - mesurés avec une éprouvette - bien agiter -
 - 2 cc de Solution d'O.phénantroline à 1% mesurés avec une burette -
 - Compléter le volume à 200 cc avec de l'eau distillée - bien agiter -
 - Laisser reposer 2 h. dans l'obscurité
 - Allumer le Colorimètre Gallenkamp 10 minutes avant d'effectuer les lectures -
 - Placer le filtre 470 m μ
 - Placer dans le logement central du porte Cuve le "Témoin 0" et dans le logement de droite le "Témoin 3 γ /cc" (Le tout en Cuves carrées)
- Régler le 0 de l'appareil en plaçant le "Témoin 0" sur le trajet du rayon lumineux et en agissant sur le bouton marqué "adjust zero" -
- Faire ensuite la lecture de la déviation obtenue avec le "Témoin 3 γ /cc"
- Laisser ces deux Cuves dans l'appareil et effectuer les mesures des solutions d'échantillon en utilisant le logement de gauche du porte Cuve -
- Toutes les 5 mesures, vérifier, et au besoin corriger, le tarage du 0 et la "lecture du "Témoin 3 γ /cc " -
- Dès la fin des mesures laver soigneusement les Cuves et les mettre à égater dans leur portoir.-

NB - Si un échantillon était plus fort que le témoin 3 γ /cc ne pas le diluer - il faut recommencer sur une prise d'essai de 10 cc que l'on place dans un ballon jaugé de 100 cc - boucher, bien agiter, prélever ensuite 25 cc de cette solution diluée ; les placer dans une fiole de 200 cc et développer la colorimétrie comme d'habitude -

CALCUL DES ANALYSES	S O L S
	Fe Libre par Colorimétrie à 1'0.phenantroline

I - Dans les conditions habituelles de la méthode = P.E = 1 g

- Vol. Sol^{on} d'extraction = 500 cc
- Aliquote = 5 cc
- Vol. Solution de Colorimétrie = 200 cc
- Etalonnage avec 10 cc de Solution de fer à 60 γ /cc dans volume 200 cc

$$\frac{8,57 \times n \text{ divisions par échantillon}}{n \text{ divisions pour "témoin } 3 \gamma / \text{cc}" } = \text{Fe}^{2+3} \%$$

II - Si l'aliquote est différente de 5 cc (l'étalonnage ne changeant pas de conditions)

$$\frac{42,85 \times n \text{ divisions par éch}^{\text{on}}}{n \text{ divisions pour "témoins } 3 \gamma / \text{cc}" \times \text{Vol.aliquote cc}}$$

III - Si le Vol.de la solution de Colorimétrie de l'échantillon est différent de 200 cc
(l'étalonnage ne changeant pas de conditions) et l'aliquote étant de 5 cc -

$$\frac{8,57 \times n \text{ divisions par éch}^{\text{on}} \times \text{Vol. Solution Colorimétrie cc}}{n \text{ divisions pour "témoin } 3 \gamma / \text{cc}" \times 200}$$

Série :

६ =

ANALYSE DES SOLS

X

Fer ferreux

Le dosage du fer ferreux pose essentiellement un problème de mise en solution -

- Lorsque l'on a affaire à des formes facilement "Solubles" telles que la Siderose ou les composés organiques, une attaque à l'acide chlorhydrique dilué suffit à faire passer Fe^{++} en solution -
- Lorsque l'on a affaire à des Silicates une attaque de Berzelius permet la mise en solution, et permet d'attaquer facilement certaines formes qui résisteraient à l'attaque chlorhydrique (magnétite, ilménite etc...) -
- Enfin lorsque l'on a affaire à des composés très difficilement attaquables tels que la chromite seule la méthode Bilgrami est, à notre connaissance, capable de permettre un dosage de Fe^{++} -

A Lomé nous appliquons habituellement la 1ère méthode "qui nous donne le Fe^{++} facilement soluble" -

Nous pouvons appliquer couramment la 2ème méthode pour attaque de Berzelius -

Pour la 3ème méthode nous la décrivons et pourrions éventuellement l'appliquer mais sur un nombre d'échantillons réduits car elle est délicate et nécessite un montage important -

Fer ferreux
facilement Soluble

Principe

Par attaque chlorhydrique dilué (10%)

L'on fait passer en solution le fer "facilement soluble" (type sidérose, ou combinaisons organiques du fer) -

L'opération est menée à l'abri de toute trace d'air car les quantités dosées sont très faibles et Fe^{++} seraient aussitôt oxydées (eau bouillie, atmosphère de CO_2) -

Précision

En opérant sur 5 g de prise d'essai on arrive à 0,01% de FeO

Rendement

Un opérateur peut effectuer 20 dosages / jour

Produits et matériel nécessaires pour 1000 dosages à cette cadenceProduits

Acide chlorhydrique RP	30 Kg
Acide sulfurique RP	20 Kg
Acide orthophosphorique RP	20 Kg
Diphenylamine sulfonate de Baryum	1 g
Solution titrée N/50 de Bichromate de Potassium	6 l.
Gaz carbonique	1 blle

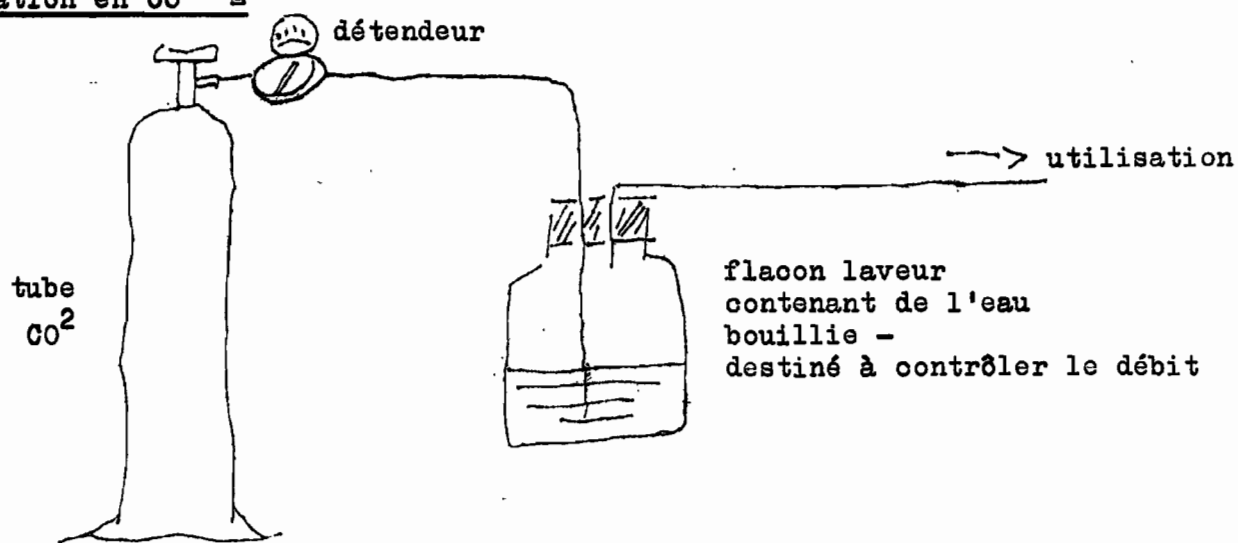
Matériel

20 Erlen de 750 à col large
 20 Bouchons de caoutchouc n°45
 1 Eprouvette de 30 cc
 1 Micro-burette de 5 cc
 1 flacon laveur de DURAND
 6 m. de tube caoutchouc $\varnothing$ intér. 8mm

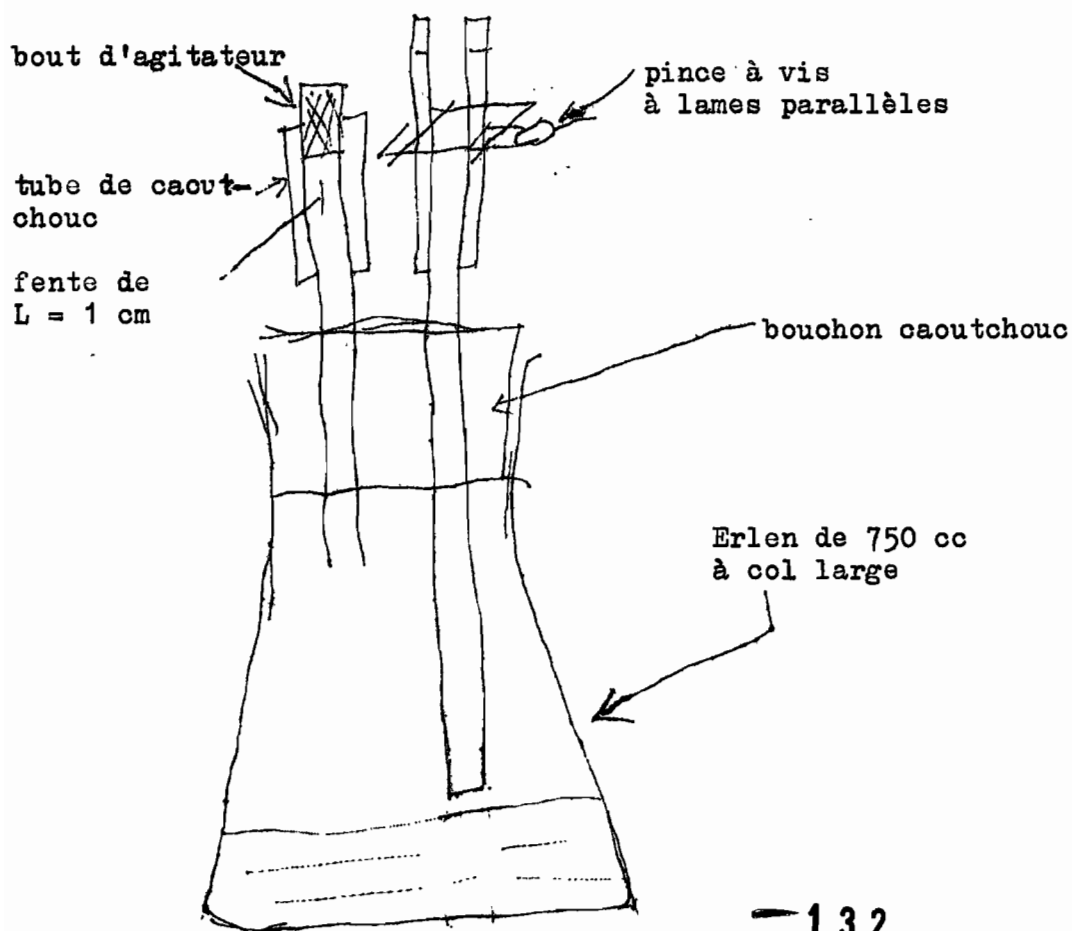
I - Opérer le montage Suivant

Fer Ferreux
facilement Solu-
ble

alimentation en CO^2 =



Flacons d'attaque (préparer 10 flacons)



S.M. - 67

- II - peser 1 g d'échantillon broyé dans des erlens parfaitement secs de 750 cc à col large - ajouter 180 cc d'eau distillée bouillie (froide) -
- III - boucher avec le bouchon décrit sur le croquis ci-dessus (comportant une soupape de Bunsen et un tube d'alimentation) -
- IV - brancher l'arrivée de CO^2 et faire passer du gaz durant 5 minutes afin de chasser tout l'air contenu dans l'erlen -
- V - fermer la pince à vis, débrancher l'arrivée de CO^2 et mettre à la place d'extrémité d'un entonnoir -
- VI - placer dans l'entonnoir 20 cc d'acide chlorhydrique et ouvrir la pince pour laisser écouler l'acide dans l'erlen - refermer ensuite la pince et enlever l'entonnoir
- VII - placer l'erlen sur un bain sable, chauffer progressivement jusqu'à ébullition et y maintenir 10 minutes -
- VIII - descendre l'erlen et laisser refroidir, quand il est revenu à température ambiante brancher l'arrivée de CO^2 sur le tube d'alimentation et faire passer le gaz durant 5 minutes -
- IX - préparer une burette contenant une solution de bichromate de Potassium N/50, une éprouvette renfermant 30 cc de mélange Sulfo-Phosphorique (2/3 d'acide Sulfurique au 1/2 et 1/3 d'acide Ortho-phosphorique) et un flacon compte gouttes d'une solution à 0,2 % dans l'eau de diphenylamine sulfonate de baryum -
- X - en opérant très rapidement
- ouvrir l'erlen
 - ajouter les 30 cc de mélange sulfo-phosphorique
 - ajouter 8 gouttes de diphenylamine sulfonate de baryum
 - titrer immédiatement avec le bichromate de Potassium N/50 jusqu'à virage violet
 - noter le volume versé sur la feuille d'analyse -

S.M.-91

MODE DE CALCUL	S	O	L	S
	FeO - Facilement Soluble - ou par attaque de Berzelius			

I - FeO %

$$\frac{n^{cc} \text{Cr}_2\text{O}_7\text{K}_2 \text{ N/50} \times 1,44}{\text{P.E en g} \times 10} = \text{FeO \%}$$

II - FeO exprimé en Fe²O³

$$\text{FeO \%} \times 1,11 = \text{FeO \% exprimé en Fe}^{2}\text{O}^{3}$$

III - Fe²O³ %

$$\text{Fe total exprimé en Fe}^{2}\text{O}^{3} - \text{FeO exprimé en Fe}^{2}\text{O}^{3} = \text{Fe}^{2}\text{O}^{3} \%$$

GENERALITES	S O L S
	Fer ferreux pour attaque de Berzelius

Principe

Attaque sulfo-fluorhydrique de l'échantillon sous atmosphère inerte (CO_2) - le fer ferreux ne peut s'oxyder -

Pousser l'attaque autant que nécessaire, mais ne pas arriver aux vapeurs blanches sulfuriques (risque d'oxydation par $\text{SO}_2 \rightarrow \text{O}$)

Titration rapide au Bichromate de Potassium avant que le Fe^{++} ne puisse s'oxyder du contact de l'air (à froid cela est assez long) -

Les ions F^- présents sont complexés par de l'acide borique -

Précision

2 gouttes de réactif (sensibilité moyenne de la réaction) correspondant à 0,16 ‰ de Fe_2O_3 -

Rendement

En disposant de 3 creusets de platine un opérateur peut effectuer 10 déterminations par jour -

Produits et matériel nécessaires pour 1000 déterminations à cette cadence -Produits

Acide fluorhydrique RP	3,5 ^{l.}
Acide sulfurique RP	15 Kg
Acide phosphorique RP	10 Kg
Acide borique	4,5 Kg
Diphenylamine sulfonate de Baryum	1 g
Solution titrée de Bichromate de Potassium	6 ^{l.}

Matériel

3 Creusets de platine de 30 cc, forme haute

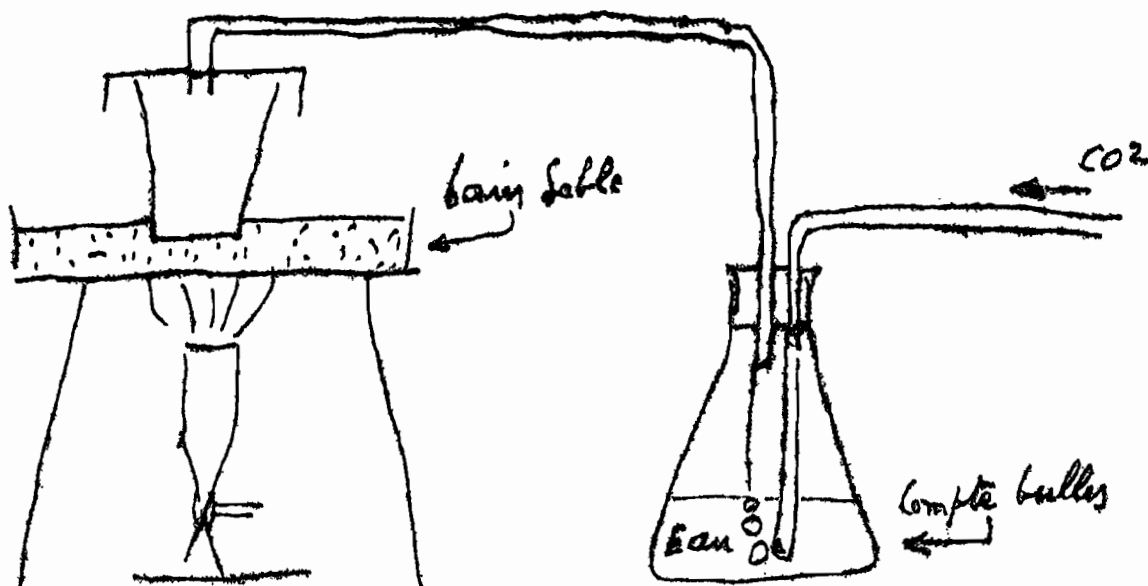
5 Bechers de 250 cc forme haute

1 Burette 25 cc graduée au 1/20 cc

1 Paire de pinces en nickel et, de préférence, à bouts de platine

Fer ferreux
par attaque de Berzelius

- Peser 1 g d'échantillon dans un creuset de platine forme haute de 30 cc -
- Très rapidement ajouter environ 3 cc d'acide fluorhydrique et 15 cc d'acide sulfurique au 1/2 -
- Placer aussitôt le creuset sur bain sable sous courant de CO_2 - (V. croquis ci-dessous) -



réglér le courant de CO_2 à la vitesse de 2 bulles par secondes - chauffer progressivement jusqu'à ce que le volume de liquide soit réduit de moitié -

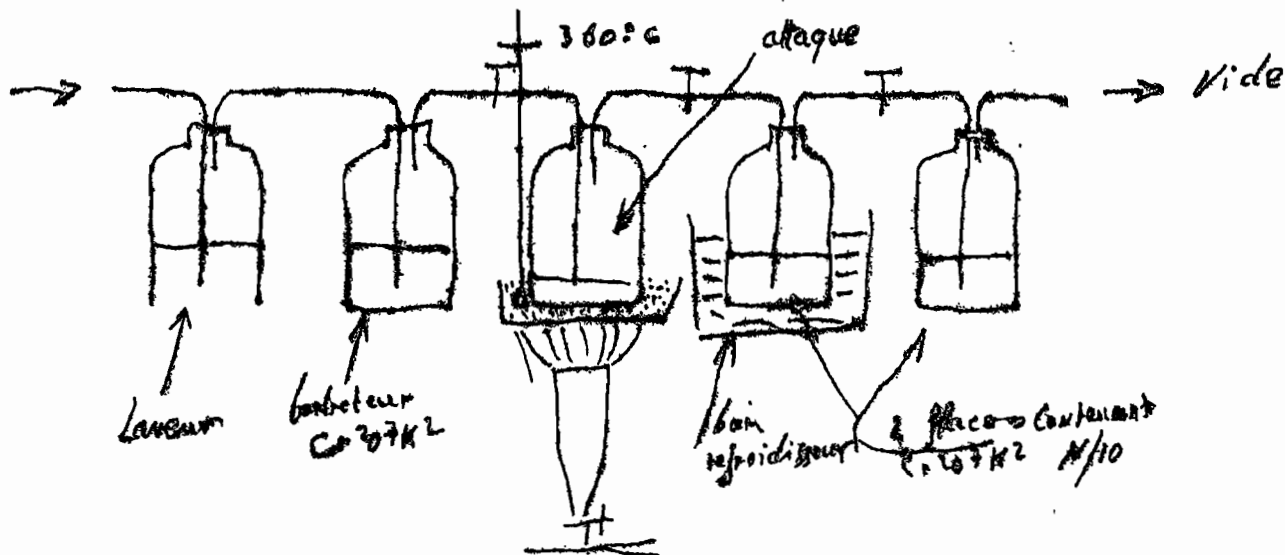
- Préparer une burette de 25 cc graduée au 1/20 cc de Bichromate de Potassium N/50
- Préparer un becher de 250 forme haute contenant 100 cc d'acide borique à 40 g/l. + 5 cc d'acide phosphorique -
- Très rapidement enlever le creuset de platine de l'appareil avec une pince en nickel à bouts de platine et le plonger dans l'acide borique -
- Ajouter aussitôt 6 gouttes de diphenylamine sulfonate de baryum et titrer immédiatement au bichromate jusqu'à apparition d'une teinte violette persistante -

Avec chaque série effectuer un blanc (en laissant la durée moyenne de l'attaque) -

METHODE D'ANALYSE	S	O	L	S
	Fe ⁺⁺ Méthode BILGRAMI			

Principe

Oxydation Fe⁺⁺ par SO₄H² à 360° sous atmosphère CO² - le SO² dégagé est recueilli dans une quantité connue de Cr²O₇K² dosé dont on titre l'excès -



On attaque 500 mg de produit dans le flacon d'attaque par un mélange SO₄H² + PO₄H³ dans la proportion de 1 partie de sulfurique pour 4 de phosphorique - tout l'appareillage est purgé au CO², un piège à bichromate est placé en prévision d'un peu de SO² dans le CO², le flacon d'attaque est bien sec, purgé au CO², le rodage du bouchon est graissé à PO₄H³ - dans les 2 barboteurs on a placé du Cr²O₇K² N/10, 25 cc dans le 1^e, 5 cc dans le second + 5 cc SO₄H² au 1/2 dans chacun on vérifie que l'appareil est parfaitement étanche, règle l'admission de CO² à 1 bulle par seconde, et crée à la sortie une légère dépression -

On chauffe progressivement le flacon d'attaque jusqu'à 360° C et maintient 20 min. à cette température -

On augmente le débit de CO², ferme le vide, puis chaque principe en commençant par la dernière à droite, de façon à équilibrer la pression atmosphérique dans les flacons -

Les deux solutions titrées de bichromate sont réunies - on ajoute un excès de sel de mohr titré, puis dose l'excès de ce sel de mohr -

ANALYSE DES SOLS

XI

Phosphore total

Deux méthodes sont appliquées :

- I - Teneurs supérieures à 0,15% de P^{205}
Précipitation du phosphomolybdate d'ammonium et Volumétrie -
- II - Teneurs inférieures à 0,15% de P^{205}
Colorimétrie du bleu de molybdène

Une troisième méthode par colorimétrie du phosphomolybdovanadate applicable à toutes les teneurs est prête - nous la mettrons en usage dès que nous aurons pu obtenir l'achat d'un spectrophotomètre - c'est une méthode aussi précise que celles qui sont actuellement utilisées mais beaucoup plus rapide -

- I - Précipitation et Volumétrie du phosphomolybdate d'ammonium

Principe

On précipite le phosphomolybdate d'ammonium en milieu acide nitrique -

Le précipité filtré et soigneusement lavé est ensuite redissous par une quantité exactement mesurée de Soude N/10 -

L'excès de Soude est ensuite titrée par une solution N/10 d'acide sulfurique en présence de formol (à cause des sels ammoniacaux) et en s'arrêtant au virage de la phenolphthaléine -

Précision

La méthode est peu précise - nous l'utilisons jusqu'à ce que nous possédions un spectrophotomètre nous permettant la colorimétrie du phospho - molybdo-vanadate plus rapide et plus précise -

Toutefois, dans ce dosage, la grande quantité de Soude utilisée par la réaction (26 NaOH pour 1 P) compense les imprécisions de la précipitation (en particulier incertitude de la formule du précipité obtenu) -

0,1 cc de réactif correspondait, dans conditions habituelles des analyses à 0,014 ‰ de P^{205} -

Rendement

Un opérateur peut effectuer 20 dosages en 1 journée 1/2 de travail

Produits et matériel nécessaires pour 1000 dosages à cette cadence -

Produits :

Acide nitrique RP	100 Kg
Ammoniaque RP	25 Kg
Molybdate d'ammonium RP	3 Kg
Nitrate de Potassium RP	2 Kg
Papier indicateur pH 4,5 à 7,5 = 30 m	5 rouleaux
Phenolphthaléine	1 g
Alcool éthylique 90 ^a	0,2 ^{l.}
Fer pur	5 g
Papier filtre ordinaire plissé Ø 150	1200
Papier filtre sans cendres, "bleu" plat Ø 125	1200
Solution titrée de Soude N/10	25 ^{l.}
Solution titrée d'acide sulfurique N/10	20 ^{l.}
Formol	12 ^{l.}

Matériel :

42	Matras de 150 cc
250 g	Billes de verre
42	Entonnoirs de Ø 50 mm à longue douille
42	Entonnoirs Ø 70 mm
42	Ballons jaugés de 250 cc
42	Bechers de 250 cc forme basse
42	Bechers de 400 cc forme haute
42	Verres de montre Ø 80 mm
3	Eprouvettes de 25 cc
1	" de 150 cc
1	Pipette de 100 cc
1	" de 20 cc
1	Burette 25 cc au 1/20 à 0 automatique
21	Agitateurs à verre
1	Agitateur à bout caoutchouc

P total
par précipitation
et du titrage du
phosphomolybdate

Solution de molybdate d'ammonium

- Peser 100 g de molybdate d'ammonium RP dans un becher de 500 cc recouvert d'un verre de montre -
- Ajouter 100 cc d'ammoniaque RP - agiter jusqu'à dissolution -
- Passer un flacon de 1^l. et compléter avec de l'eau permutée
- Conserver en flacon de verre jaune -
- Si à la longue, un dépôt blanc-jaunâtre se formait la solution ne serait plus bonne, il faudrait la jeter -

Acide nitrique RP au 1/2

Soude N/10

Acide sulfurique N/10

Voir à "Solutions titrées"

Solution de Nitrate de Fer

Dissoudre 5 g de fer dans le minimum d'acide nitrique (plus quelques cm³ d'eau) opérer sous une hotte bien ventilée - quand l'attaque est terminée compléter le volume à 100 cc avec de l'eau permutée -

Solution de lavage "acide"

- Faire dissoudre 10 g de nitrate de Potassium RP dans 500 cc environ d'eau permutée -
- Ajouter 20 cc d'acide nitrique RP
- Compléter le volume à 1^l.

Solution de lavage "neutre"

- Faire dissoudre 10 g de nitrate de Potassium RP dans 1^l. d'eau permutée -

Formol neutralisé

- Prendre 500 cc de formol (aldéhyde formique pur) dans un becher de 800 cc - ajouter 10 gouttes de phenolphthaléine -
La solution prend une teinte rose -
- Verser goutte à goutte (avec la burette) de l'acide sulfurique N/10 jusqu'à disparition de la teinte rose -

METHODE D'ANALYSE	ANALYSE DES SOLS
	P total (précipitation du phosphomolybdate)

- Peser 5 g de terre, broyée à 0,1mm, dans un matras de 150 cc - ajouter quelques billes de verre et boucher par un entonnoir à longue tige.
- Attaquer par 50 cc d'acide nitrique concentré, sur bain sable, à début d'ébullition, pendant 5h.-
- Passer la solution chaude dans un ballon jaugé de 250, avec le résidu d'attaque, mais sans les billes de verre, bien rincer le matras avec de l'eau tiède, remplir le ballon d'eau tiède jusqu'à 10 cc environ avant le trait de jauge, boucher, bien agiter, laisser refroidir -
- Quand la solution est bien froide compléter, avec de l'eau, le volume jusqu'au trait de jauge, bien agiter -
- Préparer bechers et entonnoirs bien secs, garnis de papier courant plissé -
- Verser la solution sur filtre -
- Jeter les premiers 50 cc de solution passée -
- Continuer de filtrer jusqu'à ce que 150 cc environ soient passés -
- Ne pas laver
- Prélever, avec un ballon jaugé ou une pipette, 100 cc de solution filtrée, les passer dans un becher de 400 cc forme haute.
- Ajouter 3 gouttes de solution de Nitrate de fer
- Ajouter ammoniaque concentrée, goutte à goutte, en agitant sans arrêt, jusqu'à - apparition des premiers flocons de précipité d'hydroxydes -
- Ajouter quelques gouttes d'acide nitrique concentré, en agitant, de façon à redissoudre le précipité d'hydroxyde qui s'était formé.
- Ajouter alors 25 cc de solution de molybdate d'ammonium, aussitôt après 25 cc d'acide nitrique au 1/2, bien agiter avec un agitateur garni d'un bout de caoutchouc, en frottant énergiquement les parois du becher - retirer l'agitateur, couvrir d'un verre de montre, laisser reposer 12h. sur le dessus de l'étuve (à l'extérieur) de façon à maintenir à douce température -
- Après repos filtrer sur papier plat (bande bleue,) -
- Laver le becher et le conserver, avec son agitateur, devant l'entonnoir
- Laver 3 fois avec une solution de Nitrate de Potassium (solution acide).

- Laver ensuite avec une solution de Nitrate de Potassium (solution neutre) jusqu'à ce que la solution s'écoulant de l'entonnoir ne soit plus acide, ce que l'on vérifie par des touches au papier indicateur.
- Ajouter un becher "Blanc" à ceux qui ont servi à la précipitation, y placer un papier filtre identique à ceux qui ont servi à la filtration du précipité de phosphomolybdate.
- Placer dans chacun des bechers, le papier filtre correspondant, puis 25 cc d'eau mesurés avec une éprouvette -
- Préparer une burette contenant de l'acide sulfurique N/10
- Placer dans un becher propre 20 cc de Soude N/10 175 cc d'eau, ajouter 3 gouttes de phénol phtaléine et titrer à l'acide sulfurique jusqu'à disparition de la teinte rose - cela donne le 1er chiffre = titre de la solution de Soude à porter sur la feuille d'analyse -
- Dans le becher contenant le papier filtre "Blanc" ajouter 20 cc de Soude N/10 avec la même pipette, avec l'agitateur déchiqueter ce papier et agiter vigoureusement de façon que la durée totale de contact de la Soude avec le papier soit de 5 secondes environ - ajouter ensuite 150 cc d'eau, + 10 cc de Formol neutralisé, 3 gouttes de phénolphtaléine et titrer avec l'acide sulfurique N/10 jusqu'à disparition de la teinte rose - ce qui donnera le 2e chiffre à porter sur la feuille d'analyse = blanc.
- Opérer ensuite avec les filtres d'analyse exactement de la même façon que pour le "blanc" -

Bien noter sur la feuille d'analyse :

- La prise d'essai, en g -
- Le volume de solution fait (250 cc en général)
- Le prélèvement (100 cc en général)
- La quantité de Soude N/10
- Le volume d'acide sulfurique N/10 utilisé -

S.M.-6

CALCUL DES ANALYSES	S O L S
	Phosphore par récipi- tation et Volumétrie du Phosphomolybdate

1e

a) Si NaOH N/10 = 20 cc (Généralité des cas)

$$\begin{array}{ccc} \textcircled{4} & - & \textcircled{2} = B \\ \text{(blanc)} & & (\text{SO}_4^{\text{H}^2} \text{ N/10}) \end{array}$$

b) Si NaOH N/10 est différent de 20 cc

$$\left[\textcircled{4} - \textcircled{2} \right] + \text{titre NaOH} \times \frac{(\text{Vol. NaOH } \textcircled{1}) - 20}{20} = B$$

2e

a) Si on désire exprimer le résultat en P

$$B \times 0,118 = c$$

b) Si on désire exprimer le résultat en P²O⁵

$$B \times 0,273 = c$$

3e

$$\frac{c \times \text{Vol. Sol}^{\text{on}} \text{ attaque en cc}}{\text{Vol. aliquote en cc} \times \text{P. E. en g}} = P \text{ } \text{‰}$$

$$\frac{c \times \text{Vol. Sol}^{\text{on}} \text{ d'attaque en cc}}{\text{Vol. aliquote en cc} \times \text{P. E. en g}} = \text{P}^2\text{O}^5 \text{ } \text{‰}$$

Terminé le :

S. F. 19

II - Colorimétrie du Bleu de Molybdène

Principe

Les phosphates sont mis en solution par attaque nitrique - Sur une aliquote débarrassée du résidu on chasse les ions NO_3^- par évaporation à sec - on reprend par de l'acide sulfurique très dilué (N/10) et forme alors avec l'ion PO_4^{3-} et le molybdate d'ammonium en complexe phosphomolybdique qui par réduction au Chlorure Stanneux donne un composé bleu absorbant particulièrement à $830 \text{ m}\mu$ -

Malgré l'ajustement du pH dans le milieu où se produit la réaction on peut craindre une réduction de l'excès de molybdate d'ammonium - mais comme la coloration bleue développée dans cette réduction absorbe principalement à $630 \text{ m}\mu$, une détermination opérée dans la bande de $830 \text{ m}\mu$ ne peut être gênée par cette interférence -

Ne possédant d'appareil nous permettant d'opérer dans cette dernière longueur d'onde nous devons utiliser un colorimètre muni d'un filtre de $650 \text{ m}\mu$ ce qui nous fait craindre d'avoir des chiffres trop forts - De toute façon cette méthode n'est appliquée que pour les teneurs très faibles, inférieures à 0,15% pour lesquelles la volumétrie du phosphomolybdate n'est pas applicable - nous évitons l'interférence donc à une présence éventuelle de SiO_2 par adjonction d'acide citrique à 1% -

Précision

4 divisions du colorimètre correspondent à 0,06 ‰ de P_2O_5 -

Rendement

Un opérateur peut effectuer 20 dosages par jour

Produits et matériel nécessaires pour 1000 dosages à cette cadence -

Produits

Acide nitrique RP	40 Kg
Billes de verre	250 g
Acide sulfurique RP	1 Kg
Acide citrique RP	15 g
Molybdate d'ammonium	35 g
Chlorure Stanneux RP.....	10 g
Acide chlorhydrique RP	20 g
Etain en grenailles	5 g
Papier filtre ordinaire plissé ϕ 150 mm	1200

Matériel

- 42 Matras de 150 cc
- 1 Eprouvette de 25 cc
- 1 Eprouvette de 10 cc
- 41 Entonnoirs à longue tige ϕ 50 mm
- 21 Entonnoirs ϕ 70 mm
- 21 Bechers de 250 cc
- 63 Ballons jaugés de 100 cc
- 1 Pipette de 10 cc
- 42 Bechers de 50 cc
- 50 Tubes à essai "pour colorimètre" jaugés à 20 cc
- 50 Bouchons caoutchouc n°14
- 2 Burettes de 25 cc
- 2 " de 5 cc
- 3 Supports de tubes à essais (10 tubes chacun)

P^{205} Total par Colorimétrie du bleu de Molybdène

- Acide sulfurique ~ N/10

- Mesurer 2,8 cc d'acide sulfurique concentré pur dans un ballon jaugé de 1^l.

Diluer à 1^l avec eau distillée -

- Solution sulfurique de Molybdate d'Ammonium

a) Dissoudre 25 g de Molybdate d'Ammonium dans 200 cc d'eau tiède (60° environ) -

Si nécessaire filtrer → Solution (a)

b) Mesurer 280 cc d'acide sulfurique concentré -
les verser, avec précautions et en agitant sans cesse, dans 520 cc d'eau distillée -

Laisser bien refroidir → Solution (b)

Verser lentement et en agitant la solution (a) dans la solution (b)

- Chlorure Stanneux "pour Colorimétrie"

Peser 5 g de Chlorure Stanneux dans un becher de 250 cc

Ajouter 20 cc d'acide chlorhydrique pur -

Couvrir d'un verre de montre - tiédir au bain sable pour dissoudre -

Laisser refroidir - passer dans un ballon jaugé de 200 cc compléter le volume avec de l'eau distillée -

Conserver en flacon de verre jaune - mettre au fond du flacon un petit grain d'étain métallique -

- Solution Etalon de P^{205} - Voir à "Solutions Titrées"

- Acide citrique à 1%

Dissoudre 10 g d'acide citrique dans de l'eau permutée, froide, faire volume à 1^l, -



Dosage Colorimétrique
du Bleu de Molybdène

I - Prise en Solution

- Peser 1 g d'échantillon, broyé à 0,1 mm, dans un matras de 150 cc
- Ajouter 25 cc d'acide nitrique concentré, ajouter quelques billes de verre, fermer le matras avec un entonnoir à longue tige, et attaquer sur bain sable en chauffant à début d'ébullition - Maintenir 5 h. à cette température.
- Ajouter 50 cc d'eau - chauffer un instant pour bien dissoudre, puis passer en ballon jaugé de 100 cc - Laisser refroidir, ajuster au trait de jauge, bien agiter et filtrer sur ~~100~~ -
- Prélever 10 cc de filtrat dans un becher de 50 cc - Aller à sec sur un bain sable réglé à 200°C - reprendre par 10 cc d'acide sulfurique environ N/10 couvrir le becher d'un verre de montre et chauffer pour dissoudre le résidu -
- Si l'on observait un résidu insoluble il faudrait filtrer, laver, concentrer -
- Quand la solution est bien liquide passer dans les tubes jaugés à 20 cc du colorimètre -
- Compléter à 20 cc avec de l'eau - boucher le tube et bien agiter -

II - Préparation de la gamme

- Préparer 9 tubes jaugés de 20 cc pour colorimètre - numérotés O, A, B, C, D, E, F, G, H -
- Placer dans chacun 10 cc d'acide sulfurique environ N/10
- Remplir une burette de 10 cc avec la solution étalon de P^{205} à 5 γ /cc.

- Verser dans le tube	A	-	0,5 cc de Solution étalon
	B	-	1,0
	C	-	1,5
	D	-	2,0
	E	-	2,5
	F	-	3,0
	G	-	3,5
	H	-	4,0

- Compléter les 9 tubes de la gamme jusqu'au trait de jauge avec de l'eau distillée - boucher et bien agiter.

III - Colorimétrie

- Placer dans chacun des tubes de la gamme et des échantillons, 1 cc d'acide citrique à 1%, 1 cc de solution sulfurique de Molybdate d'Ammonium, puis 4 gouttes de solution de Chlorure Stanneux "pour Colorimétrie" -

Boucher, bien agiter, attendre ensuite 5 minutes -

Mesure au Colorimètre LUMETRON :

- Placer sur le colorimètre le filtre de longueur d'onde 650 -
- Placer le tube 0 de la gamme dans la case marquée "blanc" du porte-tube - Régler le tarage sur la graduation 100 de l'échelle "Transmission" -
- Passer ensuite les tubes de la gamme d'abord, puis des échantillons
- Entre chaque mesure passer le tube "blanc" et corriger le tarage à 100 si nécessaire -

Noter sur la feuille d'analyses

- Prise d'essai
- Volume de la Solution
- Volume du prélèvement
- Lectures du colorimètre

Pour la gamme noter :

- Quantités de Solution étalon
- Lectures du colorimètre

CALCUL DES ANALYSES	ANALYSE DES SOLS
	P ² O ⁵ par Colorimétrie du bleu de Molybdène

- Disposer d'une feuille de papier millimétré où sont portés
 - sur l'échelle horizontale les quantités de P²O⁵ en γ
 - Sur l'échelle verticale les graduations du colorimètre
- 1 - Porter au crayon chacune des lectures de la gamme :

O	→	0	γ
A	→	2,5	
B	→	5,0	
C	→	7,5	
D	→	10,0	
E	→	12,5	
F	→	15,0	
G	→	17,5	
H	→	20,0	
- 2 - Avec la règle courbe tracer au crayon la courbe qui relie ces points.
- 3 - Relever les de P²O⁵ correspondants aux mesures effectuées et les inscrire dans la colonne γ /Lecture de la feuille d'analyse.
- 4 -
$$\frac{\gamma / \text{Lecture P}^{2}\text{O}^{5} \times \text{Vol. Sol}^{\text{on}} \text{ cc}}{\text{Vol. prélèvt. en cc} \times 1000} = \text{mg/PE}$$
- 5 -
$$\frac{\text{mg/P.E.}}{\text{PE en g}} = \text{P}^{2}\text{O}^{5} \text{ } \circ/\circ\circ$$

N.B.- Joindre la courbe à la feuille d'analyse

pour les lectures inférieures à celle du point H de la courbe (20 γ), ne rien inscrire, les analyses doivent être refaits.-

S.M.-15

-+--+--+--+--+--+--

P₂O₅ TOTAL
(Colorimétrie)

Opérateur :

Commencé le :

Terminé le :

ORIGINE

Nbre d'Ech.

Transcrit le :

Relevé
d'activité :

Série :

Togo Dahomey

N° Labo.	N° d'	P. E. g	Volumes Solution cc	Préle- vement cc	Lecc- ture Colon- mètre	P ₂ O ₅ % / Lecc- mg / P. E. %
3 - 6	ordre					

Courbe d'étalonnage

	Sol ⁿ Etalon
O =	0 cc à 5Y/cc de P ₂ O ₅
A =	0,5 cc
B =	1,0 cc
C =	1,5 cc
D =	2,0 cc
E =	2,5 cc
F =	3,0 cc
G =	3,5 cc
H =	4,0 cc

Factures colorimètre

O =	100
A =	
B =	
C =	
D =	
E =	
F =	
G =	
H =	

ANALYSE DES SOLS

XII

Phosphore Assimilable (Méthode TRUOG)

Principe

Les ions Phosphore "assimilable" sont extraits du sol par une solution sulfurique 0,002 N tamponnée à pH 3 pour addition de sulfate d'ammonium -

On forme ensuite, avec l'ion PO_4^{4-} et extrait un complexe phosphomolybdique qui, réduit par le Chlorure Stanneux donne un composé bleu absorbant essentiellement à 830 m μ -

Ne possédant pas de spectrophotomètre nous permettant des mesures à cette longueur d'onde, nous opérons à 650 m μ mais nous craignons que nos chiffres soient faussés par le composé bleu donné par réduction de l'excès de réactif (ce composé absorbant principalement à 630 m μ)

Dans les conditions d'extraction nous ne pouvons pas risquer d'entraîner de silice en quantité appréciable (ce qui causerait une interférence) -

Précision 0,05 % en P_2O_5

Rendement

16 dosages par opérateur et par jour (le rendement est limité par la capacité de l'agitateur mécanique)

Produits et matériel nécessaires pour 1000 dosages effectués à cette cadence -

Produits :

Acide sulfurique RP par toxicologie	1 Kg
Sulfate d'ammonium RP	1,400 Kg
Molybdate d'ammonium	35 g
Chlorure Stanneux RP	10 g
Acide chlorhydrique RP	15 cm ³
Etain en grenailles	5 g
Papier filtre "bande bleue" ϕ 125 mm	1100

Matériel :

- 16 Flacons d'extraction de 750 Cm³ avec bouchons polyéthylène -
- 16 Entonnoirs tige courte de ϕ 70 mm
- 16 Bechers de 150 cc forme haute
- 1 Pipette de 20 cc à deux traits
- 1 Eprouvette graduée de 500 cc
- 1 Burette de 50 cc
- 1 " de 25 cc
- 1 " de précision de 10 cc
- 1 Burette de 5 cc
- 25 Tubes à essai pour colorimètre Lumetron
- 25 Bouchons en polyéthylène pour tubes à essai
- 3 Supports de tubes à essais (de 10 tubes chacun)

I - Acide sulfurique ~N/100

Mesurer 0,28 cc d'acide sulfurique concentré pur, dans un ballon jaugé de 1^l. -

Compléter à 1^l. avec eau distillée

II - Solution sulfurique d'extraction

- Mesurer 200 cc d'acide sulfurique ~N/100 dans un ballon jaugé de 1^l. -

- Ajouter dans le ballon 3 g de sulfate d'ammonium -

- Compléter le volume à 1^l. avec eau distillée

III - Solution sulfurique de molybdate d'ammonium

a) Dissoudre 25 g de molybdate d'ammonium dans 200 cc d'eau tiède (60° environ) -

Si nécessaire filtrer → Solution (a)

b) Mesurer 280 cc d'acide sulfurique concentré -

les verser, avec précautions et en agitant sans cesse, dans 520 cc d'eau distillée -

Laisser bien refroidir → Solution (b)

Verser lentement et en agitant la solution (a) dans la solution (b)

- Chlorure stanneux "pour colorimétrie"

Peser 5 g de Chlorure stanneux dans un becher de 250 cc

Ajouter 20 cc d'acide chlorhydrique pur -

Couvrir d'un verre de montre - tiédir au bain sable pour dissoudre -

Laisser refroidir - passer dans un ballon jaugé de 200 cc compléter le volume avec de l'eau distillée -

Conserver en flacon de verre jaune - mettre au fond du flacon un petit grain d'étain métallique -

- Solution Etalon de P²O⁵ - Voir à "Solutions Titrées"

METHODE D'ANALYSE	S O L S
	Phosphore Assimilable (Méthode Truog)

I - Extraction

- Peser 2 g de terre fine dans un flacon de 750 cc
- Ajouter 400 cc de solution sulfurique d'extraction
- Placer sur l'agitateur mécanique et faire tourner 2^h.-
- Filtrer sur papier bande bleue - en général le premier liquide écoulé est trouble, le jeter et filtrer jusqu'à obtenir un liquide bien clair
- Prélever 20 cc dans des tubes pour colorimètre

II - Préparation de la gamme

- Préparer 9 tubes jaugés de 20 cc pour colorimètre - numérotés O, A, B, C, D, E, F, G, H -
- Placer dans chacun 4 cc d'acide sulfurique environ N/100 à l'aide d'une burette -
- Remplir une burette de 10 cc avec la solution étalon de $P^{2}O^{5}$ à 5 $\frac{1}{2}$ /cc.
- Verser dans le tube

A	-	0,5 cc de Solution étalon
B	-	1,0 cc
C	-	1,5 cc
D	-	2,0 cc
E	-	2,5 cc
F	-	3,0 cc
G	-	3,5 cc
H	-	4,0 cc
- Compléter les 9 tubes de la gamme jusqu'au trait de jauge avec de l'eau distillée - boucher et bien agiter.

III - Colorimétrie

- Placer dans chacun des tubes de la gamme et des échantillons, 1 cc de solution sulfurique de Molybdate d'ammonium, puis 4 gouttes de solution de Chlorure Stanneux "pour colorimétrie" -
- Boucher, bien agiter, attendre ensuite 5 minutes -
- Mesure au colorimètre LUMETRON :
- Placer sur le colorimètre le filtre de longueur d'onde 650 -
- Placer le tube O de la gamme dans la case marquée "blanc" du porte-tube - Régler le tarage sur la graduation 100 de l'échelle "Transmission" -
- Passer ensuite les tubes de la gamme d'abord, puis des échantillons.
- Entre chaque mesure passer le tube "blanc" et corriger le tarage à 100 si nécessaire -

Noter sur la feuille d'analyses

- Prise d'essai
- Volume de la Solution
- Volume du prélèvement
- Lecture du colorimètre

Pour la gamme noter

- Quantités de Solution étalon
- Lectures du colorimètre.-

CALCUL DES ANALYSES	ANALYSE DES SOLS
	P ² O ⁵ par Colorimétrie du bleu de Molybdène

- Disposer d'une feuille de papier millimétré où sont portés
 - sur l'échelle horizontale les quantités de P²O⁵ en γ
 - Sur l'échelle verticale les graduations du colorimètre
- 1 - Porter au crayon chacune des lectures de la gamme :

O	→	0	γ
A	→	2,5	
B	→	5,0	
C	→	7,5	
D	→	10,0	
E	→	12,5	
F	→	15,0	
G	→	17,5	
H	→	20,0	
- 2 - Avec la règle courbe tracer au crayon la courbe qui relie ces points.
- 3 - Relever les de P²O⁵ correspondants aux mesures effectuées et les inscrire dans la colonne γ /Lecture de la feuille d'analyse.
- 4 -
$$\frac{\gamma / \text{Lecture P}^2\text{O}^5 \times \text{Vol. Sol}^{\text{on}} \text{ cc}}{\text{Vol. prélèvt. en cc} \times 1000} = \text{mg/PE}$$
- 5 -
$$\frac{\text{mg/P.E.}}{\text{PE en g}} = \text{P}^2\text{O}^5 \text{ } \text{‰}$$

N.B.- Joindre la courbe à la feuille d'analyse

pour les lectures inférieures à celle du point H de la courbe (20 γ), ne rien inscrire, les analyses doivent être refaits.-

S.M.-15

-+--+--+--+--+--+--

ANALYSE DES SOLS

XIII

Analyses Générales

Principe

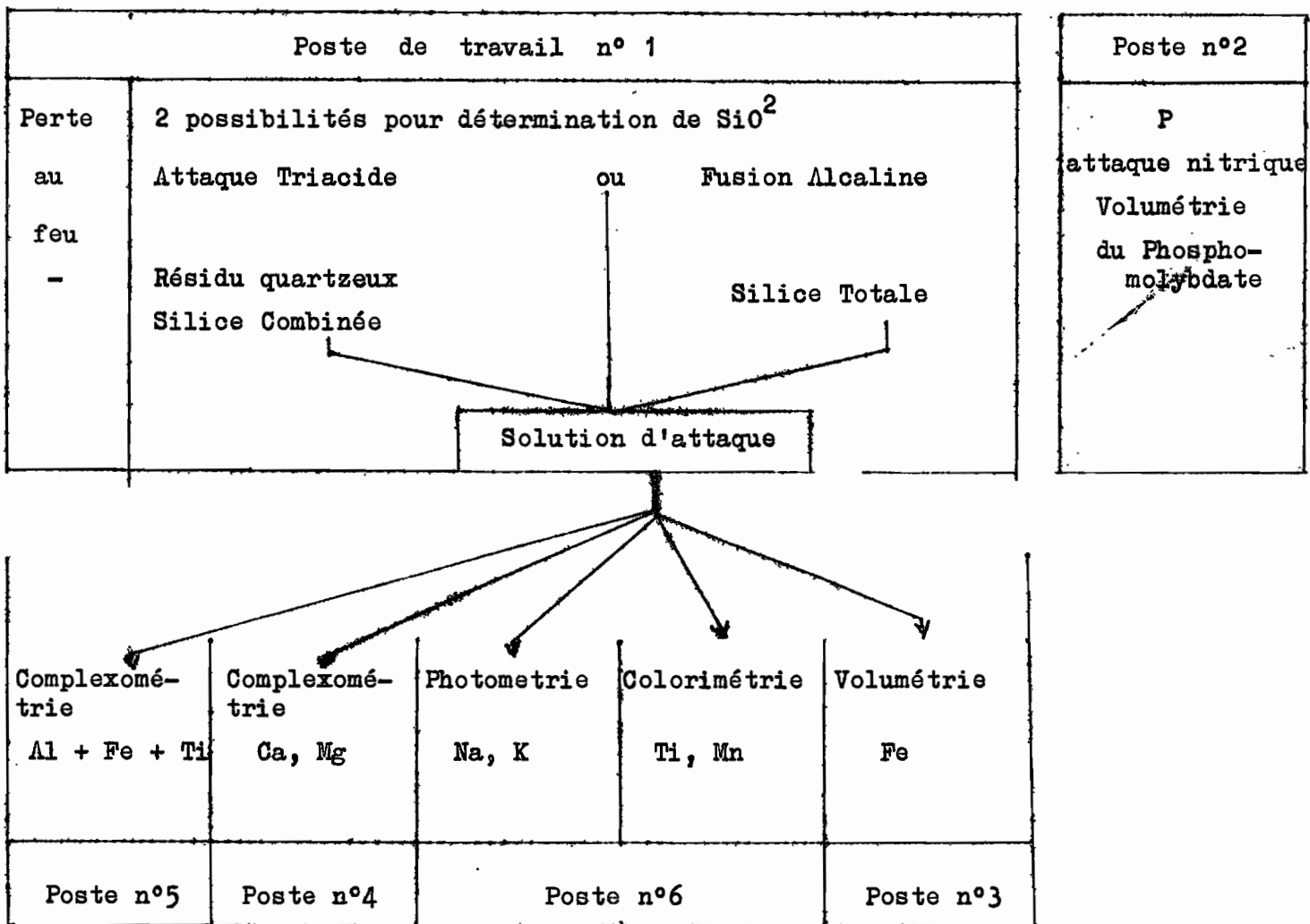
Les analyses sont toujours effectuées sur des échantillons broyés à 100 μ et séchés à 105 $^{\circ}$.

La partie délicate est la détermination de la Silice qui peut être opérée de deux façons selon les désirs du demandeur.

- par attaque triacide, suivie d'un traitement à la Soude ce qui permet de déterminer :
 - le résidu quartzeux (quartz et silicates inattaquables)
 - la silice combinée aux argiles (principalement) et à quelques silicates facilement attaquables -
- par fusion aux carbonates alcalins et insolubilisation chlorhydrique - on dose ainsi la Silice totale -

quelle que soit la méthode employée on obtient une solution débarrassée de la Silice et renfermant tous les éléments essentiels (sauf le P dans le cas de l'attaque triacide) -

Des aliquotes de cette solution sont remises aux divers postes de travail où chacun effectue la détermination de l'élément qu'il a l'habitude de doser, en appliquant la méthode générale -



Al_2O_3 - dosage complexométrique de la somme $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{Fe}_2\text{O}_3 + \text{TiO}_2$ - après détermination des teneurs en Fe et Ti, Al_2O_3 est calculé par différence -

Ca, Mg - dosés par complexométrie après séparation des hydroxydes - pour Ca, il est nécessaire, en plus, de chasser les ions NH_4^+ qui gêneraient - pour cela, et pour le dosage de Mg Voir après séparation des hydroxydes, les méthodes décrites au chapitre VII "Bases Totales" p.101 et 103 -

Na, K - par photométrie de flamme sur la solution d'attaque - Si la teneur en CaO était supérieure à 14% ($> 200 \text{ g/cc}$ de Ca) il serait nécessaire de diluer pour le dosage de Na, l'interférence sur K restant négligeable - on utilise strictement la méthode décrite au chapitre 7 pour le dosage des Bases Echangeables, seul le mode de calcul diffère.

TiO_2 - par colorimétrie du complexe jaune orangé donné avec l'eau oxygénée, après masquage du fer par l'acide phosphorique -

MnO - par oxydation en MnO_4^- - par le periodate de Potassium, après s'être débarrassé des ions Cl^- par évaporation sulfurique -

Fe²O³ - appliquer sur une aliquote le dosage décrit au chapitre VIII "Fer total" par oxydation au Bichromate, ou par iodométrie (si l'on a utilisé un creuset de Pt pour l'attaque) -

On suppose généralement que tout le fer est au maximum et l'on se contente de doser Fe total et de l'exprimer en Fe²O³ - nous pouvons, sur demande doser Fe ferreux par attaque sulfo-fluorhydrique sous atmosphère de CO² (comme il est décrit au chapitre "Fer ferreux") et par différence donner Fe²O³ -

Toutefois le dosage de fer ferreux risque d'être erroné (mais nous proposons de l'étudier plus tard) en présence de fortes teneurs de matières organiques -

Perte au feu donne le total =

eau de constitution + CO² + matières organiques, diminué de l'oxydation de FeO en Fe²O³ -

Nous pouvons, à la demande, déterminer l'eau de constitution seule (comme il est décrit au chapitre "Eau") par la méthode du tube de PENFIELD -

Phosphore

- peut être dosé sur une aliquote de la solution d'attaque lorsque l'on a opéré par fusion alcaline -
- si l'on a opéré par attaque triacide il faut nécessairement faire une attaque séparée (attaque nitrique)
- nous opérons ensuite par volumétrie du phospho-molybdate ou, pour les teneurs très faibles par colorimétrie du bleu de molybdène (après avoir chassé les ions NO³- par une évaporation à 200°C)

Précision

Silice	(quelle que soit la méthode)	0,1	%
Al ² O ³		0,13	%
Fe ² O ³		0,08	%
CaO		0,04	%
MgO		0,04	%
TiO ²		0,08	%
MnO		0,01	%
Na ² O		0,02	%
K ² O		0,02	%
P ² O ⁵		0,007	%
Perte au feu		0,02	%

Fidélité

La fusion aux carbonates alcalins permet d'assurer une fidélité des résultats à 2% près (en valeur relative) pour les teneurs voisines de 60% SiO_2 -

Par l'attaque triacide nous n'avons encore pas assez d'éléments nous permettant d'évaluer cette fidélité qui nous semble très inférieure aux possibilités de la méthode précédente -

Rendement

L'attaque triacide permet à un opérateur d'effectuer 20 déterminations par semaine

- de - résidu quartzeux
- silice combinée
- perte au feu

La fusion alcaline permet également pour un opérateur, 20 déterminations par semaine de Silice totale et de perte au feu -

Les autres éléments sont dosés par les postes de travail habituels à la cadence générale

- 20 dosages par jour d' Al_2O_3
- 20 dosages par jour de Ca et Mg (avec séparation des hydroxydes Fe et Al)
- 60 " " " " Na et K
- 50 " " " " Fe_2O_3
- 30 " " " " Mn et Ti

Produits et matériel nécessaires pour 1000 analyses générales à cette cadence -

Produits - (tous de qualité R.P)

Attaque triacide

Acide sulfurique	72 Kg
" chlorhydrique	192 Kg
" nitrique	146 Kg
" phosphorique	38 Kg
Soude caustique en pastilles	7 Kg
Ammoniaque	71 Kg
Phenolphthaléine	2 g
Papier filtre sans cendres gris Ø 125	1100
" " " " bleu Ø 125	1100
Chlorure mercurique	0,825 Kg
Diphenylamine sulfonate de Baryum	1 g
Chlorure Stanneux	250 g
Solution titrée de Bichromate de Potassium N/50 ..	40 ^l

- Fusion alcaline

Carbonate de Sodium anhydre	21 Kg
Carbonate de Potassium anhydre	6 Kg
Bicarbonate de Sodium	2 Kg
Acide chlorhydrique	170 Kg
" nitrique !!	30 Kg
" sulfurique	25 Kg
" phosphorique	22 Kg
Pyrosulfate de Sodium	0,300 Kg
Ammoniaque	100 Kg
Iodure de Potassium	3,5 Kg
Sulfure de carbone	12,0 Lit.
Filtres plats (bande rouge) ø 110 mm	1100
Filtres ordinaires plissés ø 125 mm	1100
Solution titrée d'hyposulfite de Sodium N/20	20,0 Lit.
Phenolphtaléine	1 g

- Dans les deux cas, et en plus =

Acide acétique	2,5 Kg
Molybdate d'ammonium	3,0 Kg
Nitrate de Potassium	2,0 Kg
Acétate d'ammonium	3,1 Kg
Alcool éthylique pur 95 ^a	110 Kg
Triéthanolamine	16 ^l .
Complexon N/20 (Solution titrée)... = 47 ^l (soit 450 g d'EDTA)	
Chlorure de Zinc N/20 (Solution titrée)..22 ^l (soit 40 de Zn en (aiguilles))	
Chlorure d'ammonium	5,5 Kg
Filtres sans cendres bleu plats ø 125	1200
Filtres ordinaires plissés ø 150	3400
Potasse caustique en pastilles	0,2 Kg
Soude en pastilles	5 Kg
Billes de verre	200 g
Papier indicateur pH universel	6 rouleaux
Papier indicateur pH 1 à 4,5	6 "
" " " 4,5 à 7,5	6 "
" " " 6,5 à 10	6 "
" " " 9,5 à 13	6 "
Noir ériochrome T	1,2 g
Réactif de Patton et Reeder	1,2 g
Dithizone	1 g
Periodate de Potassium	35 g
Sulfate ferreux technique	2,5 Kg
Cyanure de Potassium	0,6 Kg
Chlorure de Sodium	0,250 Kg
Eau oxygénée électro à 100 Vol.	1,100 Lit.
Solution titrée de Soude N/10	25 Litres
" " d'acide sulfurique N/10	20 "

MATERIEL

- Attaque triacide

- 20 Bechers de 250 cc
- 20 Verres de montre ϕ 80 mm
- 2 Eprouvettes graduées de 25 cc
- 20 Capsules en porcelaine fond plat, à bec de 800 cc
- 10 Entonnoirs ϕ 70 mm à tige courte
- 40 Creusets porcelaine ϕ = 35 mm - H = 40 mm
- 10 Bechers de 600 Forme Basse

- Fusion alcaline

- 10 Creusets de platine ϕ 40 mm - H = 40 mm (avec couvercles)
- Fil de platine ϕ 1mm longueur 7 cm
- 20 Capsules porcelaine de fond plat et à bec de 500 cc
- 20 Verres de montre ϕ 160 mm
- 10 Entonnoirs ϕ 70 à tige courte
- 1 Eprouvette plastique graduée de 20 cc
- 1 " verre " de 50 cc
- 20 creusets porcelaine ϕ = 35 mm - H = 40 mm

- Dans les deux cas, et en plus

- 60 Ballons jaugés de 500 cc
- 60 Bouchons caoutchouc coniques n°16
- 20 Erlen de 500 large ouverture
- 200 g Billes de verre
- 1 Jaugeur Héron 2 x 25 cc
- 1 Eprouvette graduée de 30 cc
- 1 " " 100 cc
- 1 Flacon à bouchon jaugeur de 1 cc
- 1 Burette de 25 cc au 1/20 à zéro automatique
- 20 Ballons jaugés de 150 cc
- 20 Bechers de 250 cc
- 20 Entonnoirs ϕ 70 mm tige courte
- 1 Eprouvette graduée de 5 cc
- 20 Bechers de 400 cc
- 20 Bechers de 250 cc
- 1 Pipette de 50 cc
- 20 Bechers de 250 cc Forme Haute
- 1 Jaugeur Héron de 2 x 5 cc
- 20 Fioles cylindro-coniques de 250 cc
- 1 Burette automatique de 20 cc
- 1 Eprouvette de 10 cc
- 1 Pipette de 50 cc
- 1 Eprouvette de 30 cc
- 1 " de 5 cc
- 1 " de 10 cc
- 1 Bonbonne pour dénaturation des solutions cyanurées
- 1 Pipette de 50 cc
- 60 Bechers de 100 cc
- 36 Ballons jaugés de 50 cc

36 Tubes à essai pour colorimètre LUMETRON
 32 Ballons jaugés de 100 cc
 1 Burette de précision de 5 cc au 1/50
 1 Burette de 30 cc au 1/10
 2 Eprouvettes de 5 cc
 50 Erlen de 250 à large ouverture
 50 Verres de montre ϕ 80 mm
 2 Eprouvettes graduées de 25 cc
 1 " " de 15 cc
 1 " " de 5 cc
 1 Burette graduée à 0 automatique de 50 cc au 1/20
 65 Bechers de 10 cc pour "Photomètre Gallenkamp"
 20 Erlenmeyers de 500 bouches émeri (rodages normalisés 29/32)
 20 Entonnoirs ϕ 70 mm à tige courte
 20 Bechers de 250 Forme Basse
 20 Bechers de 400 " "
 41 Matras de 150 cc
 250 g Billes de verre
 42 Entonnoirs de ϕ 50 mm à longue douille
 44 Entonnoirs ϕ 70 mm
 42 Ballons jaugés de 250 cc
 42 Bechers de 250 cc Forme Basse
 41 Bechers de 400 cc Forme Haute
 41 Verres de montre ϕ 80 mm
 3 Eprouvettes de 25 cc
 1 " de 50 cc
 1 " 150 cc
 1 Pipette de 100 cc
 1 " de 20 cc
 1 Burette 25 cc au 1/20 à 0 automatique
 21 Agitateurs verre
 1 Agitateur à bout caoutchouc

Analyse complèteSiO² Libre et Combinée
par attaque triacide

1 à 2 g

- Sécher environ 10 g d'éch^{on} à l'étuve à 105° durant 24h.
- Sortir les échantillons de l'étuve, les placer dans un dessicateur bien fermer et laisser refroidir 1/2 h. avant de peser.

1 - Attaque triacide -

- Peser 1 g dans un becher de 250 cc
- Ajouter 25 cc de mélange sulfo-nitrique (10 cc SO⁴H² concentré + 15 cc NO³H) en agitant bien pour éviter la formation de grumeaux.
- Placer les bechers sur bain sable tiède.
- Ajouter 25 cc d'acide chlorhydrique concentré dans chaque becher - et couvrir d'un verre de montre.
- Chauffer jusqu'à disparition des vapeurs nitrique (rouge orangé) - enlever le verre de montre après les avoir rincé d'un jet de pissotte -
- Augmenter le chauffage progressivement jusqu'à apparition des vapeurs blanches et le pousser à fond jusqu'à être complètement à sec -
- Laisser refroidir, reprendre par 25 cc d'acide chlorhydrique concentré, couvrir d'un verre de montre et chauffer doucement jusqu'à désagrégation du résidu - ajouter alors 25 cc de mélange sulfo-nitrique, chauffer jusqu'à disparition des vapeurs nitreuses, enlever le verre de montre et évaporer à sec comme la première fois -
- Reprendre par 5 cc d'acide chlorhydrique concentré chauffer un court instant pour désagréger le résidu et ajouter aussitôt 50 cc d'eau distillée - couvrir d'un verre de montre et chauffer, sans bouillir, jusqu'à dissolution complète des sulfates -
- Filtrer sur papier sans cendres durcis (filtres gris) non plissés - en recouvrant la solution dans des ballons jaugés de 500 cc marqués au n° de l'échantillon -
- Laver dans le becher 5 fois avec HCl 10% très chaud.
- Passer le résidu sur le papier et laver 3 fois encore -
- Retirer les ballons jaugés - Laisser bien refroidir - compléter au trait de jauge avec eau distillée - boucher et bien agiter - Ces solutions serviront aux déterminations d'Al²O³, CaO, MgO, Na, K, P, Mn -

2 - Séparation de la Silice combinée et du résidu quartzoux

- Dès la fin de la filtration et du lavage, après avoir enlevé les ballons jaugés de 500 et les avoir remplacés par des capsules de porcelaine de 500 cc, Laver le papier filtre, avant qu'il ne sèche, avec la solution de Soude à 2%, très chaude (80° environ) -
- Laver 10 fois en remplissant à chaque fin l'entonnoir et en le laissant s'écouler complètement avant le lavage suivant -
- Laver ensuite 2 fois avec HCl à 10% et 3 fois à l'eau distillée -

- 3 - Le résidu quartzeux restant sur le papier filtre est séché, puis calciné 2h. à 1000° dans une capsule tarée et posé ensuite - Ces pesées sont inscrites dans la colonne "Résidu quartzeux" de la feuille d'analyse.
- 4 - La Solution Sodique est additionnée de quelques gouttes de phénol-phtaléine, puis neutralisée à l'acide chlorhydrique concentré, ajouté goutte à goutte en agitant pour éviter les projections - Lorsque la couleur rose de la phénolphtaléine a disparu, ajouter encore 10 cc d'HCl concentré et évaporer à sec au bain marie jusqu'à ce que le résidu n'ait plus d'odeur d'acide chlorhydrique -

Reprendre alors par 10 cc d'acide chlorhydrique, bien malaxer le résidu pour tout imprégner d'acide et aller à sec une 2e fois jusqu'à ne plus percevoir d'odeur d'acide chlorhydrique - Reprendre alors par 50 cc d'acide chlorhydrique à 5% - en chauffant à faible température et le moins de temps possible pour redissoudre le résidu de chlorures - Filtrer - Laver 10 fois avec une solution tiède d'acide chlorhydrique à 5% -

- Placer le filtre dans une capsule, sécher à l'étuve, puis calciner 2h. à 1000° -
- Laisser refroidir 1/2^h en dessiccateur et peser rapidement -

Les pesées de cette opération sont inscrites dans la colonne "Silice Combinée" de la feuille d'analyse.

METHODE D'ANALYSE	S O L S
	SiO ² totale par fusion alcalino

I - Perte au feu

- Tarer un creuset de platino
- Poser dans le creuset 1g de terre broyée à 0,1mm et séchée à 105° -
- Porter au four à moufle - chauffer progressivement jusqu'à 900° - maintenir à cette température - Retirer du moufle, laisser refroidir dans un dessiccateur et peser l'ensemble creuset + terre calcinée -

II - Fusion Alcaline

- Peser sur une feuille de papier glacé 5 g de carbonate double de Potassium et de Sodium, ou, à défaut, 5g d'un mélange à parties égales de carbonate de soude anhydre et de carbonate de Potassium anhydre -
- Avec une spatule, faire passer la terre calcinée contenue dans le creuset, sur le carbonate - faire bien attention pour ne pas en perdre -
- Mettre 1/2 g environ dans le creuset pour récupérer la terre qui aurait pu rester accrochée aux parois -
- mélanger de façon intime le carbonate et la terre calcinée puis tout mettre dans le creuset.
- Mettre sur le papier glacé 1/2 g environ de carbonate, frotter avec un pinceau pour récupérer les petites parties du mélange précédent ayant pu rester accrochées au papier, et tout passer dans le creuset -
- Couvrir le creuset d'un couvercle et chauffer progressivement sur un bec de gaz jusqu'à obtenir la fusion du mélange - Attention à ne pas chauffer trop fort au début car le produit en fusion risquerait de déborder -
- Maintenir 1^h à fusion tranquille, puis laisser refroidir -

III - Reprise et insolubilisation de la Silice -

Le creuset et son couvercle sont placés dans une capsule de porcelaine de 500 cc recouverte d'un verre de montre -

Verser par le bec de la capsule 50 cc d'eau puis 20 cc d'acide chlorhydrique - Laisser attaquer à froid jusqu'à cessation de l'effervescence - retirer alors le verre de montre après l'avoir rincé d'un jet de pissette - soulever le couvercle à l'aide d'un agitateur, bien le rincer, frotter sa surface avec l'extrémité de l'agitateur garnie d'un bout de caoutchouc - faire de même avec le creuset - Prendre garde à ne laisser aucune particule solide accrochée au creuset ou à son couvercle -

Vérifier que toute la masse fondue a été bien attaquée, si nécessaire écraser les morceaux compacts avec le bout de l'agitateur et remettre le verre de montre tant que l'attaque n'est pas terminée -

Lorsque la masse fondue a été entièrement attaquée, retirer l'agitateur après l'avoir rincé et chauffer la capsule sur un bain marie à ébullition -

- maintenir sur le bain marie jusqu'à ce que l'évaporation soit complète, le résidu bien sec et qu'il n'ait aucune odeur d'acide chlorhydrique -
- Reprendre par 15 cc d'acide chlorhydrique - gratter le résidu avec un agitateur de façon à ce que tout soit bien repris et aller à sec jusqu'à ne plus déceler l'odeur piquante de l'acide chlorhydrique -

(suite)

- IV - Préparer un entonnoir garni d'un filtre sans Cendres, plissé, bande bleue - placer sous l'entonnoir un ballon jaugé de 500 cc marqué du n° de l'échantillon -
- Dans la capsule de porcelaine où se trouve le résidu d'évaporation, ajouter 50 cc d'acide chlorhydrique au 1/2 - chauffer un petit moment pour tout bien redissoudre, puis filtrer aussitôt en décantant la solution claire sur le papier filtre -
 - Laver la silice gélatineuse restée dans la capsule en l'agitant avec 50 cc d'eau chaude contenant 5% en volume d'acide chlorhydrique - décanté l'eau de lavage sur le filtre -
 - Rejeter 4 fois encore ce lavage, puis faire tout passer sur filtre - bien laver la capsule et l'agitateur, les essuyer soigneusement avec un petit morceau de papier filtre qui est ensuite mis sur l'entonnoir avec la silice -

V - Calcination et évaporation HF.

Le papier filtre contenant la silice est placé dans un creuset de platine taré - on sèche une nuit à l'étuve, puis chauffe progressivement sur bec de gaz (attention aux courants d'air qui pourront entraîner une partie du produit calciné) en maintenant le creuset incliné à 45° - de temps à autre remuer la masse avec un fil de platine de façon à amener tout le papier au contact de l'air où il se calcine - chauffer ensuite 1^h à 800-900° - La silice doit être bien pulvérulente et bien blanche -

- Laisser refroidir dans un dessiccateur

* Peser rapidement -

- Mouiller la silice avec quelques gouttes d'eau
- Ajouter 5 gouttes d'acide sulfurique au 1/2
- Verser ensuite environ 15 cc d'acide fluorhydrique

(prendre garde à ne pas en verser sur les doigts, les brûlures de cet

acide sont très douloureuses) ne pas mesurer l'acide fluorhydrique avec une éprouvette en verre - Prendre une éprouvette en plastique -

- Chauffer doucement le creuset au bain sable (attention à ne pas tomber de sable dans les creusets !) -
- quand tout le liquide est évaporé chauffer sur plaque pour chasser les vapeurs sulfuriques puis calciner au rouge blanc sur bec de gaz -
- Laisser refroidir dans un dessiccateur, puis peser le creuset -
- Ajouter dans le creuset un tout petit morceau de pyrosulfate de Sodium (environ 1/4 de g) et chauffer sur bec de gaz pour fondre ce léger résidu de l'évaporation fluorhydrique - Laisser refroidir, placer le becher dans un becher de 250 cc couvert d'un verre de montre, introduire 50 cc d'acide chlorhydrique à 10% - chauffer au bain sable pour tout dissoudre - retirer le creuset du becher, le rincer - passer la solution du becher dans le ballon jaugé de 500 cc où l'on avait filtré la silice - compléter le volume au trait de jauge - bien agiter -

Cette solution servira au dosage des divers éléments = Al_2O_3 , CaO , MgO , TiO_2 , MnO , P_2O_5 , etc....

=====

ET SILICE COMBINEE

Avec } Dosage SiO_2 totale
Sans }

Relève
d'activité :

Série :

TOGO | DAHOMEY

159

PREPARATION DES SOLUTIONS	S O L S
	Al_2O_3 par Complexométrie

- Complexon N/20

- Chlorure de Zinc N/20

= Voir Solutions titrées -

- Tampon Acétique pour Alumine

300 cc acide acétique

385 g acétate d'ammonium

Eau = quantité suffisante pour volume à 5^l.

- Solution alcoolique de Dithizone

5 mg environ de Dithizone dans un ballon de 50 cc -

Remplir avec alcool à 95° - Boucher - Bien agiter -

Cette solution doit être conservée au réfrigérateur -
elle doit être verte, lorsqu'elle change de teinte la jeter.

- Prélever 20 cc (40 mg de P.E) de la solution d'attaque (obtenue par attaque triacide ou par reprise de fusion alcaline) dans un erlen de 500 cc -
- Ajouter avec une pipette 25 cc de Solution N/20 de Complexon -
- Bien agiter
- Neutraliser en ajoutant de l'ammoniaque à 50% jusqu'à pH 4,5 (ce que l'on vérifie par des touches au papier indicateur) -
- Ajouter alors 30 cc de "Tampon acétique pour Alumine"
- Diluer de façon à avoir un volume total de 200 cc environ
- Porter à ébullition et maintenir à douce ébullition durant 15 minutes - (de temps à autre ajouter un peu d'eau pour compenser l'évaporation)
- Laisser bien refroidir, ajouter 100 cc d'alcool à 95° - réajuster à pH 4,5 à l'aide du "Tampon acétique pour Alumine" -
- Ajouter 1 cc environ de solution alcoolique de dithizone
- Titrer avec une solution N/20 de Chlorure de Zinc jusqu'à **virage** du vert au rose-rouge.

S.M.-50

CALCUL DES ANALYSES

S O L S

$Al^{2}O^{3}$
par Complexométrie

1/- Faire la différence

$$\begin{array}{r} \text{Vol. Complexon N/20} \\ - \text{Vol. } Cl^{2}Zn \text{ N/20} \\ \hline = (a) \text{ cc} \end{array}$$

2/- (a) cc X 1,275 = (b) mg

3/- $\frac{(b) \text{ mg} \times \text{Vol. Sol}^{on} \text{ d'attaque en cc} \times 100}{\text{Vol. aliquote en cc} \times \text{Poids attaqué en g}} = (c) \%$

4/- Faire total tenours $Fe^{2}O^{3}$ et TiO^{2} en %

5/- $(Fe^{2}O^{3} + TiO^{2} \%) \times 0,6375 = (d) \%$

6/- (c) % — (d) % = $Al^{2}O^{3} \%$

S.M.-93

CALCUL DES ANALYSES	S	O	L	S
	Fe^{2+3} dans les solutions d'Analyses Générales			

I - Méthode par Oxydation au Bichromate de Potassium

- Si on exprime tout Fe en Fe^{2+3} (généralement)

En utilisant une solution titrée de Bichromate de Potassium N/50 =

$$\frac{n^{\text{cc}} \times 1,6 \times \text{Vol. Sol}^{\text{on}} \text{ d'attaque en cc}}{\text{Volume aliquote en cc} \times \text{P.E en g} \times 10} = \text{Fe}^{2+3} \%$$

II - Méthode par Iodométrie

Appliquer strictement le calcul indiqué au chapitre Fe total (p. 117) -

Dans les deux cas, si le fer ferreux a été dosé

$$\text{Fe}^{2+3} \% \text{ total} - (\text{FeO} \% \times 1,11) = \text{Fe}^{2+3} \%$$

METHODE D'ANALYSE	S	O	L	S
	Ca et Mg dans les Solutions d'Analyses Générales			

I - Séparation des Hydroxydes

- Prélever 150 cc de solution à analyser (avec un ballon jaugé)
 - les placer dans un becher de 250 cc forme basse, rincer le ballon et joindre l'eau de rinçage à la solution -
 - Ajouter 1 g environ de Chlorure d'Ammonium.
 - Tiédir sur le bain sable à 60° environ
 - Ajouter de l'ammoniaque au 1/2 en agitant constamment jusqu'à préparation des hydroxydes.
 - Chauffer la solution jusqu'à ébullition et l'y maintenir 5 minutes -
 - Filtrer sur papier ordinaire plissé de 125 mm, laver abondamment à l'eau chaude additionnée de 10 g/l de Chlorure d'Ammonium -
 - La solution filtrée est mise à évaporer.
 - Le précipité et le filtre sont placés dans le becher de 250 cc où était le précipité.
 - Ajouter 50 cc d'eau et 5 cc d'acide chlorhydrique, bien agiter avec une tige de verre en déchiquetant le papier, quand tout le précipité est redissout ajouter 1 g environ de Chlorure d'Ammonium, et précipiter à nouveau les hydrates avec l'Ammoniaque au 1/2 jusqu'à précipitation des. Faire bouillir 5 minutes et filtrer sur papier ordinaire plissé de 125mm. Bien laver avec de l'eau chaude additionnée de 10 g/l de Chlorure d'Ammonium -
- La solution filtrée est jointe à la 1ère qui est entrain d'évaporer.
- Concentrer suffisamment pour mettre en fiole jaugée de 150 cc
 - Laisser refroidir et compléter le volume avec de l'eau - bien agiter -
 - Cette solution va servir au dosage de Ca et Mg.

Dosage de Ca et Mg

- Voir méthode décrite aux chapitre "Bases Totales" p.101 et 103 -

CALCUL DES ANALYSES	S O L ' S
	CaO et MgO par Complexométrie dans les Analyses Générales

CaO /

$$\frac{n^{cc} \text{ Complexon N/50} \times 0,056 \times \text{Vol. Sol}^{on} \text{ attaque cc}}{\text{Vol. P.E cc} \times \text{P.E en g}} = \text{CaO \%}$$

MgO /

1 - S'assurer que la P.E pour CaO + MgO est la même que pour CaO -
Dans le cas contraire faire la correction nécessaire -

$$\begin{array}{l} 2 - N^{cc} \text{ Complexon pour CaO + MgO} \\ \hline n^{cc} \quad " \quad " \quad \text{CaO} \\ \hline = \text{cc Complexon pour MgO} \end{array}$$

$$3 - \frac{\text{cc Complexon pour MgO} \times 0,040 \times \text{Vol. Sol}^{on} \text{ attaque cc}}{\text{Vol. P.E en cc} \times \text{P.E en g}} = \text{MgO \%}$$

Argiles

CaO et MgO

Opérateur :

Commencé le :

Terminé le :

O R I G I N : E

Nbre
d'Echant. :

Relevé
d'activité :

Série :

TOGO

DAHOMEY

Dosages

C a l c u l s

Nº
Labo
S-6

N°
d'
or-
dre

Poids
atta-
qué
8

Vol.
Sol^{on}
d'atta-
que
cc

Separation	
R ² O ³	
P.E	Vol.
cc	cc

P.E

EDTA
N/50

CaO	+	MgO
P.E		EDTA N/50

CaO
dans
P.E

CAC	%

Comple-	
xon	
pour	
MgO	

MgO
dans
P.E

MgO
%

OBSERVATIONS

METHODE D'ANALYSE	S O L S
	TiO ₂ Analyses Générales

- Prélever 50 cc de la Solution d'attaque dans un ballon jaugé de 100 cc
- Préparation de la gamme
 - Dans 2 ballons marqués 0 - 30%
 - placer environ 50 cc d'eau distillée -
 - Ajouter dans le ballon marqué 30, avec une burette de précision, 3 cc de Solution étalon de TiO₂ à 1 mg /cc -
- Ajouter dans chaque ballon de la gamme et d'échantillon =
 - 5 cc d'acide sulfurique au 1/2
 - 5 cc d'acide phosphorique
 - 1 cc d'eau oxygénée à 100 Vol.
- Compléter le Volume à 100 cc avec de l'eau distillée
- Bien agiter
- Laisser reposer 15 minutes puis passer au colorimètre (filtre 420 m μ) en réglant le 100 de transmission avec la solution 0 de la gamme -

Noter sur la feuille d'analyse

- Les lectures de la gamme dans le cadre "Etalonnage"
- Tous renseignements et lectures dans les colonnes prévues.
- Si les colorations obtenues avec les échantillons étaient supérieures au 30 de la gamme =
 - Prélever 25 cc de Solution d'attaque dans un ballon jaugé de 100 et suivre la marche normale des opérations -

ATTENTION - Ne pas oublier de noter le volume du prélèvement dans la colonne réservée à cela -

S.M.-61

CALCUL DES ANALYSES	S O L S
	TiO ² Analyses Générales

- 1 - Lire sur la courbe ou le tableau, la teneur en γ/cc correspondant à la lecture du colorimètre ~~TiO²/cc~~
- 2 -
$$\frac{\text{TiO}^2 \gamma/\text{cc} \times \text{Dilution à Vol. cc}}{\text{P.E en cc}} = \text{TiO}^2 \gamma/\text{cc dans Sol}^{\text{on}} \text{ d'attaque -}$$
- 3 -
$$\frac{\text{TiO}^2 \gamma/\text{cc dans Sol}^{\text{on}} \text{ d'attaque} \times \text{Vol. Sol}^{\text{on}} \text{ d'attaque}}{\text{Poids attaqué en g} \times 10.000} \bullet \text{ TiO}^2 \%$$

—+—+—+—+—+—+—+—+—

CALCUL DES ANALYSES	S O L S
	TiO^2 Colorimétrie du Complexe orangé

Tableau donnant les teneurs en γ/cc de TiO^2 pour les lectures effectuées au colorimètre LUMETRON dans les conditions de la méthode -

Lectures effectuées en tubes calibres "LUMETRON" avec filtre 420 $m\mu$ -
 La solution étalon 30 γ/cc donnant une déviation 68 divisions $\pm$ 3 divisions.

Unités Di- aines	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9
6									28,4	26,8
7	25,6	24,2	23,0	21,8	20,6	19,6	18,6	17,6	16,6	15,6
8	14,8	13,8	13,0	12,0	11,2	10,4	9,4	8,6	7,8	7,0
9	6,2	5,6	4,8	4,0	3,4	2,8	2,0	1,4	0,8	0,4

[illegible]

METHODE D'ANALYSE	S	O	L	S
	MnO dans les Analyses Générales			

- Prélever 50 cc de solution d'attaque dans des bechers de 100 cc
- Ajouter 10 cc d'acide sulfurique au 1/2 et chauffer au bain sable jusqu'à apparition de fumées blanches abondantes.
- Laisser refroidir
- Ajouter environ 30 cc d'eau, puis 5 cc d'acide ortho-phosphorique -
- S'il y a un résidu blanc insoluble, chauffer pour le dissoudre - si l'on n'arrive pas à le redissoudre, filtrer sur papier bleu, laver à l'eau distillée, puis faire bouillir pour concentrer et revenir au volume initial -
- Ajouter environ 20 mg de periodate de Potassium - porter à ébullition - ajouter encore, avec beaucoup de précautions, quelques mg de periodate de Potassium - Laisser bouillir 5 minutes -

En présence de Mn une coloration rose-violacé se développe -

Laisser refroidir, passer en ballons jaugés de 50 cc, compléter au trait de jauge avec de l'eau distillée - bien agiter -

Préparation de la gamme

Préparer 2 ballons jaugés de 50 cc marqués : 0, E

Dans chacun placer 10 cc d'acide sulfurique au 1/2 et 5 cc d'acide ortho-phosphorique.

Compléter le 0 avec de l'eau distillée jusqu'au trait de jauge, bien agiter - Verser dans le ballon E, 5 cc de $MnO_4^- K N/100$

Compléter au trait de jauge avec eau distillée bien agiter.

Lectures - Avec les solutions des ballons de 50 cc remplir à moitié, après les avoir rincés, des tubes pour colorimètre LUMETRON -

- Utiliser le filtre 530 m μ
- Régler le 100 de l'échelle "transmission" avec le 0 de la gamme -
- Passer le tube de l'étalon et inscrire les résultats dans le cadre "étalonnage" de la feuille d'analyses -
- Passer ensuite les tubes correspondants aux échantillons et noter les bechers sur la feuille d'analyses -
- Entre chaque mesure vérifier la stabilité du 100 -

S.M.-94

CALCUL DES ANALYSES	S	O	L	S
	MnO dans les Analyses Générales			

Formule Générale

$$\frac{0,00284 \times n \text{ Divisions pour Sol}^{\text{on}} \text{ diluée} \times \text{Vol. Sol}^{\text{on}} \text{ diluée cc} \times \text{Vol. Sol}^{\text{on}} \text{ d'attaque en cc}}{n \text{ Divisions pour Sol}^{\text{on}} \text{ E} \times \text{P.E en cc} \times \text{Poids attaqué en g} \times 10}$$

= MnO %

Dans les conditions habituelles de l'analyse

Poids attaqué = 1 g

Volume solution d'attaque = 500 cc

Prise d'essai = 50 cc

Dilution à volume = 50 cc

0,142 X n Divisions pour Sol^{on} diluée

n Divisions pour Sol^{on} E

Série :

S.F. - 46

S.M.-55

CALCUL DES ANALYSES	S O L S
	Na ² O et K ² O
	Analyses Générales

Pour Na et K

- S'il n'y a pas eu dilution
- Rechercher sur le tableau la courbe utilisée la teneur en γ /cc de Na et de K et le porter dans la colonne γ /cc dans P.E
- S'il y a eu dilution
- Rechercher sur le tableau de la courbe utilisée la teneur en γ /cc de Na et de K et les porter dans la colonne γ /cc
- $$\frac{\text{Nombre de } \gamma/\text{cc} \times \text{Dilution à Vol. cc}}{\text{P.E en cc}} = \gamma/\text{cc dans P.E.}$$

Calcul Na²O %

$$\frac{n \gamma/\text{cc de Na dans P.E} \times 1,35 \times \text{Vol. Sol}^{\text{on}} \text{ attaque cc}}{\text{Poids attaqué en g} \times 10.000} = \text{Na}^2\text{O} \%$$

Calcul K²O %

$$\frac{n \gamma/\text{cc de K dans P.E} \times 1,21 \times \text{Vol. Sol}^{\text{on}} \text{ en cc}}{\text{Poids attaqué en g} \times 10.000} = \text{K}^2\text{O} \%$$

S O L S ARGILES

$$\text{Na}^2\text{O} \quad \text{et} \quad \text{K}^2\text{O}$$

Opérateur :

Commencé le :

Terminé le :

O R I G I N E

Nbre d'Ech-^{ons} :

Relevé
- d'activité :

Série : .

TOGO ! DAHOMEY

[illegible]

S O L S

PGILES

Demandeur :

Nbre d'Ech^{ons} :

Commencé le :

Terminé le :

Transcrit le :

Ech^{ons} n°s S - 6.. -

- Résultats exprimés en % de produit séché à 105°C -

Résidu quartzeux

SiO² combinée

FeO

Fe²O³Al²O³

CaO

MgO

Na²OK²OP²O⁵

MnO

TiO²

Perte au feu

TOTAL →

ANALYSES DES SOLS

XIV

Calcaire par détermination au Calcimètre BERNARD

Principe

Le calcaire est attaqué par l'acide chlorhydrique - le CO^2 dégagé est recueilli dans un tube gradué et mesuré par déplacement d'un égal volume d'eau (saturée de Chlorure de Sodium pour réduire la solubilité de CO^2) -

Afin d'éviter toutes corrections de température et de pression, on étalonne l'appareil, dans les conditions des mesures, avec une quantité exactement connue de CO^3Ca chimiquement pur -

Précision $\pm$ 0,10 % de CO^3Ca

Rendement un opérateur peut effectuer 30 déterminations par jour -

Produits et matériel nécessaires pour 1000 déterminations à cette cadence -

Produits :

Carbonate de Calcium RP	15 g
Chlorure de Sodium	50 g
Acide chlorhydrique pur	5 Kg

Matériel :

40 Erlenmeyers de 150 cc à col étroit
40 Tubes à essais de 65 mm X 12 mm

CO_3Ca
Détermination au Calci-
mètre BERNARD

Tarage de l'appareil

- Remplir l'ampoule-réservoir avec une solution saturée de chlorure de sodium
 - Peser 0^g 300 de carbonate de calcium pur (séché préalablement 24 h. à 105°) - dans un erlen "pour calcimètre".
 - Remplir à moitié un tube à essai "pour calcimètre" avec de l'acide chlorhydrique au 1/3 - bien essuyer les parois extérieures pour éviter d'avoir une seule goutte d'acide en dehors du tube -
 - Tourner le robinet à deux voies du calcimètre de façon telle que le tube mesureur soit en communication avec la tubulure du bouchon. En réglant la hauteur de l'ampoule-réservoir, faire affleurer le niveau du liquide dans l'ampoule et dans le tube, au trait 0 du calcimètre -
- Faire alors effectuer un demi-tour au robinet à deux voies de façon à fermer la communication avec le tube mesureur et à ouvrir le passage de la tubulure du bouchon à l'atmosphère -
- Introduire avec précautions le tube contenant l'acide chlorhydrique dans l'erlenmeyers où se trouve la prise d'essai en veillant à ce que le tube ne se renverse pas - bien enfoncer le bouchon -

Attention : pendant toutes les opérations tenir l'erlen par le goulot, avec le bout des doigts ne jamais le tenir à pleine main ce qui pourrait modifier sa température -

- Faire effectuer un demi-tour au robinet à deux voies de façon à faire communiquer l'erlen et le tube mesureur -
- Incliner l'erlen de façon à renverser le contenu du tube sur la prise d'essai
- Agiter légèrement - poser l'erlen sur le socle de l'appareil -
- Attendre deux minutes pour que l'ensemble ait pris son équilibre -
- En réglant la hauteur de l'ampoule-réservoir amener le liquide à même hauteur dans l'ampoule et dans le tube mesureur - noter le volume correspondant sur ce dernier -
- Placer un thermomètre à proximité du calcimètre, le réservoir ne touchant ni la pailasse ni l'appareil - noter la température ambiante -

Dans les conditions habituelles, à Lomé, pour 0^g 300 de carbonate de Calcium le volume de gaz carbonique mesuré doit être compris entre 65 et 76 ^{cc} - si le chiffre trouvé est plus petit que 65 ou plus grand que 76 recommencer l'essai -

- Pour les opérations suivantes il n'est pas nécessaire de noter la température -

DETERMINATIONS - Opérer de la même façon avec les erlens contenant les prises d'essai des échantillons - opérer tout d'abord sur 2g de matière -

- Si le volume mesuré est plus petit que 2 ^{cc} recommencer avec une prise d'essai plus importante et en mouillant la prise d'essai avec un peu d'eau distillée -

- Si le volume mesuré est plus grand que 75 ^{cc} recommencer l'opération sur une prise d'essai plus faible. - / -

METHODE DE CALCUL	S O L S
	CO^3Ca Détermination au Calci- mètre BERNARD

I - Tarage de l'appareil

- Détermination du Volume théorique =

$$224^{\circ\circ} \times \text{P E en g} = V^{\circ\circ}$$

- Volume théorique à la température ambiante =

$$V^{\circ\circ} + (V^{\circ\circ} \times 0,00367 \times t^2) = \text{Volume à température ambiante}$$

II - Teneur CO^3Ca %

$$\text{Titre } \text{CO}^3\text{Ca} = \frac{\text{P E } \text{CO}^3\text{Ca en mg}}{n^{\circ\circ} \text{ mesuré pour tarage}}$$

$$\text{Teneur } \text{CO}^3\text{Ca} \% = \frac{n^{\circ\circ} \text{ mesuré pour éch}^{\text{on}} \times \text{titre } \text{CO}^3\text{Ca}}{\text{P E en g de l'éch}^{\text{on}} \times 10}$$

CO^3Ca Détermination au Calci- mètre BERNARD		Opérateur :	Commencé le :	Terminé le :
Demandeur :		Nbre d'Ech ^{ons} :	Transcrit le :	Série :

N ^{os}	N ^{os}	1e Essai		2e Essai		3e Essai		CO ³ Ca	OBSERVATIONS
Labo.	d'	P.E	Vol.	P.E	Vol.	P.E	Vol.	%	
S - 6 ..	ordre	g	CO ² cc	g	CO ² cc	g	CO ² cc		
Tarage CO ³ Ca pur						Titre CO ³ Ca =			t ^o - Vol. théor. Vol. théor. t ^g =
							</		

ANALYSES DES SOLS

XV

Eau sous ses diverses formes

Nous distinguons trois formes sous lesquelles l'eau peut être retenue par le sol.

A - Eau Actuelle est l'humidité s'éliminant par séchage à l'air dans les conditions ambiantes, par temps sec.

L'échantillon tel qu'il a été prélevé et pesé, puis exposé à l'air, étalé sur un plateau -

Lorsque l'écrasement des mottes entre les doigts ne permet plus de déceler une humidité apparente, on pèse à nouveau -

Le % d'humidité est calculé par rapport au poids de l'échantillon séché à l'air -

Voir modèle de feuille d'analyse et calcul au chapitre "Préparation des échantillons" -

B - Eau Hygroscopique (105^a) est déterminée sur la "terre fine" échantillon passant au tamis à trous ronds de ϕ 2 mm -

Principe

Un échantillon de 10 g est séché 48 h. à 105^a, puis pesé -

La perte de poids exprimée en g est rapportée à 100 g de "terre fine" non séchée et donne l'humidité à 105^a

Précision 0,01 %

Rendement Un opérateur peut effectuer 50 déterminations par jour -

Matériel nécessaire pour 1000 déterminations à cette cadence -

- 200 boîtes à tare de ϕ 50 mm et h = 30 mm

L'utilisation d'une balance toute la journée -

Terminé le :

Série :

SF - 35



C - Eau de Constitution par la méthode du tube de PENFIELD -

Principe

Calciner l'échantillon de façon à déplacer l'eau de constitution -

La vapeur d'eau est condensée dans le renflement de la partie avant du tube -

L'extrémité de l'appareil où a été calciné l'échantillon est séparée et le tube scellé à cet endroit -

On pèse la portion de tube renfermant l'eau de condensation, puis sèche à 105^a et pèse à nouveau le tube sec -

Précision

En effectuant les pesées sur une balance assurant le 1/10 de mg, la précision est de 0,02 % d'H₂O -

Rendement - Un opérateur peut effectuer 10 déterminations par jour

Matériel nécessaire pour 1000 déterminations à cette cadence -

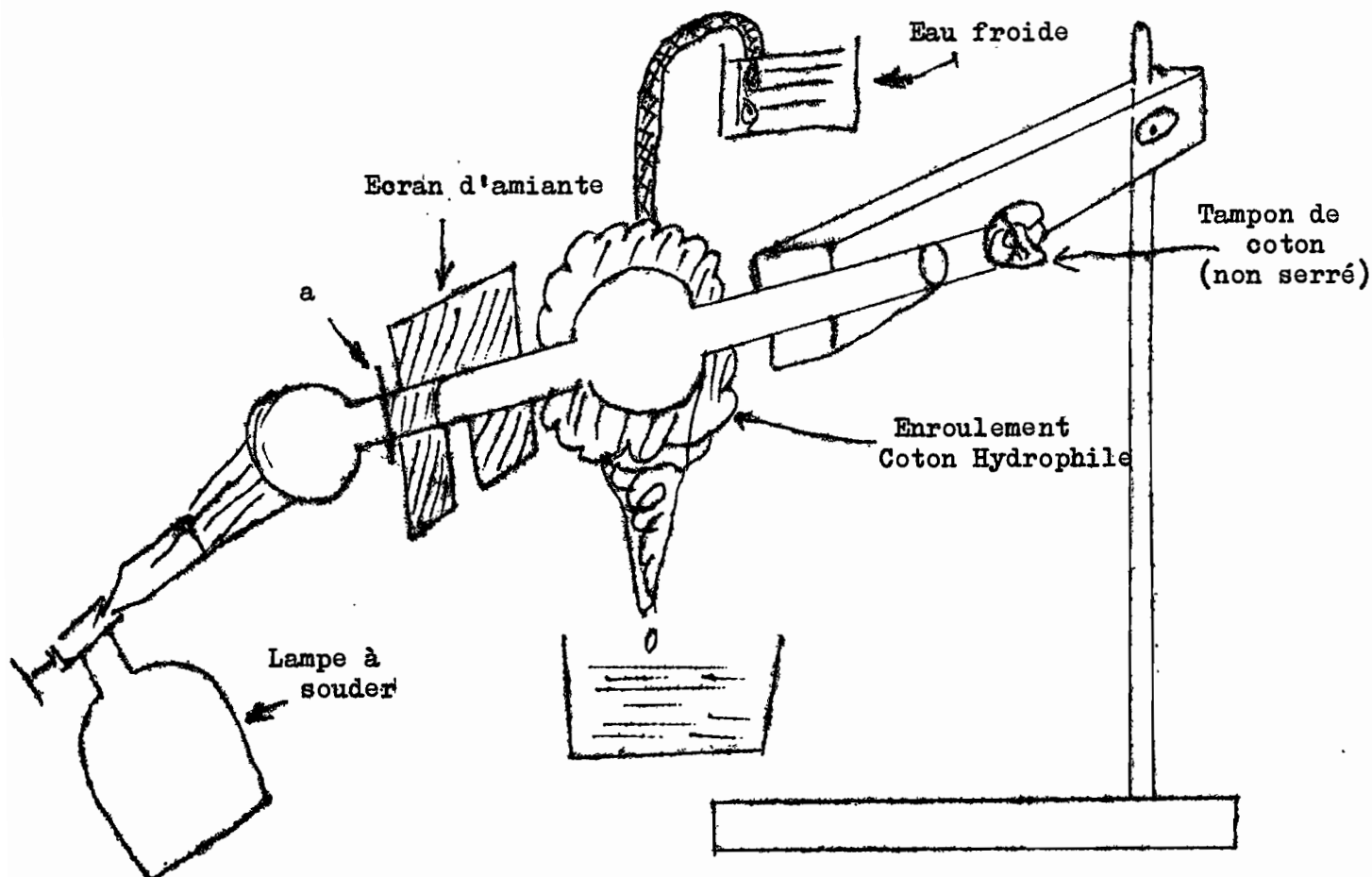
1100 Tubes de PENFIELD

3 Entonnoirs

4 Charges de butane (bouteilles de 13 Kg)

METHODE D'ANALYSE	S	O	L	S
	Eau de Constitution par distillation au tube de PENFIELD			

- Sécher à 105° des tubes de PENFIELD bien propres, ainsi que les entonnoirs -
- Sécher l'échantillon 24 h. à 105°
- Peser un tube de PENFIELD sec et vide -
- Introduire l'entonnoir dans le tube tenu vertical, de façon que son extrémité débouche dans le fond de la boule inférieure -
- Placer de petites portions de Sol dans l'entonnoir, Par petites secousses faire descendre l'échantillon dans la boule inférieure - introduire de cette façon environ 0,5 g d'échantillon - retirer l'entonnoir en veillant à ne pas déposer de petites quantités d'échantillon sur les parois intérieures du tube -
- Peser le tube + l'échantillon -
- Placer le tube sur le montage ci-dessous légèrement incliné, la boule contenant l'échantillon légèrement plus basse que l'extrémité



- Placer un tampon de coton non serré à l'extrémité libre du tube
- Chauffer d'abord lentement la boule inférieure, puis plus fortement jusqu'à atteindre le rouge blanc, en fin d'opération (qui dure environ 20 minutes - Le verre commence à fondre.
- Déplacer légèrement le bec vers l'écran d'amiante et chauffer très fort le tube -
- Avec des pinces saisir la boule et tirer de façon à fondre et sceller le tube au point (a)
- Eteindre le bec de gaz
- Enlever le tube de son montage,
- Défaire l'enroulement de coton
- Oter le tampon de l'extrémité du tube
- Essuyer très soigneusement l'extérieur du tube avec du papier joseph de façon à enlever toute trace d'eau de refroidissement -
- Peser immédiatement le tube
- Sécher 1 h. à 105°
- Peser le tube seo

S.M.-95

MODE DE CALCUL	S	O	L	S
	Eau de Constitution par distillation au tube de PENFIELD			

Prise d'essai

$$\begin{array}{r} \text{Poids du tube + échantillon} \\ \hline \text{Poids du tube vide} \\ \hline = \text{P. E. en g} \end{array}$$

Après distillation =

$$\begin{array}{r} \text{Poids du tube avec eau} \\ \hline \text{Poids du tube séché} \\ \hline = \text{Poids eau déplacée, en g} \end{array}$$

Eau de Constitution

$$\frac{\text{Poids eau déplacée (en g)} \times 100}{\text{P. E. en g}} = \text{H}^2\text{O} \%$$

<u>EAU DE CONSTITUTION</u> (Méthode de PENFIELD)		<u>S O I S</u> <u>A R G I L E S</u>		<u>Opérateur :</u>		<u>Commencé le :</u>		<u>Terminé le :</u>	
<u>O R I G I N E</u> TOGO DAHOMEY		Nbre d'Ech ^{ons} :		<u>Transcris le :</u>		Relevé d'activité :		<u>Série :</u>	
N ^o Labo	N ^o d' ordre	<u>Prise d'essai</u>			<u>Eau déplacée</u>			<u>Eau de</u> <u>Consti-</u> <u>tution</u> %	<u>OBSERVATIONS</u>
S-6..		Poids tube vide g	Poids tube + éch ^{on} g	P.E g	Poids tube + Eau g	Poids tube sec g	Eau g		

ANALYSE DES SOLS

XVI

Point de Flétrissement (pF)

Principe

Les échantillons saturés d'eau sont soumis à une pression déterminée. L'excès d'eau est éliminé jusqu'à obtenir un équilibre entre la pression appliquée et la force de rétention d'eau du sol examiné - l'échantillon est alors retiré de l'appareil et l'on détermine son humidité à 105° -

Les pressions utilisées sont exprimées par leur logarithme =

- 16.000 g / Cm ²	soit pF	4,2
- 1.000 g / Cm ²		3,0
- 631 g / Cm ²		2,8
- 320 g / Cm ²		2,5

Pour la détermination du pF 4,2 nous utilisons une presse à membrane du " Centrale Werkplaast de Wageningen " équipée d'un manomètre métallique,
pour les pF 3,0 - 2,8 et 2,5 un appareil réalisé à partir d'une marmite à pression et muni d'un manomètre à mercure -

Précision $\pm$ 0,012 %

Fidélité 2 séries d'essais sur pF 4,2 nous ont donné un écart type de 0,039 %
soit 0,30 % en valeur relative.

Rendement - Un opérateur peut effectuer chaque jour

- une série de 12 déterminations de pF - faible pression
(2,5 - 2,8 - ou 3,0)
- et une série de 20 déterminations de pF 4,2

Produits et matériel nécessaires pour 1000 déterminations à cette cadence -
(250 déterminations de chaque pF 4,2 - 3,0 - 2,8 - 2,5)

Produits :

10 Charges d'air comprimé
1m50 de membrane cellulosique
0,50m d'étamine de nylon

Matériel : 100 Boites à tare forme basse ϕ 50 mm

pF 3,0 - 2,8 - 2,5

- 1 - Placer une plaque de porcelaine poreuse dans un plateau rempli d'eau de façon telle qu'elle affleure la surface supérieure -
- 2 - Ranger les 12 anneaux sur la surface de la plaque -
- 3 - L'échantillon à examiner est mélangé soigneusement et étalé dans un plateau émaillé (30 X 40 cm environ)
- 4 - Prélever de petites fractions du sol, sur toute l'épaisseur de la couche, en suivant les diagonales et les médianes, de façon à avoir un prélèvement le plus représentatif possible - le sol prélevé est placé dans les anneaux et tassé légèrement avec un morceau de bois à bout rond (de façon à ne pas lisser la surface) relever le n° de l'anneau correspondant à chaque échantillon et le noter sur la feuille d'analyse, dans la colonne n° d'anneau.
- 5 - Ajouter de l'eau afin que son niveau atteigne la mi-hauteur des anneaux.
- 6 - Laisser la terre s'imbiber durant 24h.
- 7 - Mettre à l'étuve une série de boîtes à tare numérotées
- 8 - Placer la plaque de porcelaine portant les échantillons dans l'appareil après avoir vérifié la bonne mise en place du joint et des pastilles de caoutchouc
- 9 - Placer les serre-joints et visser avec précautions -
- 10 - Vérifier que le manomètre à mercure est bien à 0.
- 11 - Fermer la marmite et mettre en pression progressivement en vissant le détendeur (à chaque augmentation de pression d'environ 1 cm de mercure attendre quelques minutes pour qu'il soit bien stabilisé) -
- 12 - Lorsque le pF désiré est atteint vérifier avec un pinceau et de l'eau savonneuse, qu'il n'y a pas de fuite d'air sur les joints de la marmite et sur les joints de la tuyauterie -
- 13 - Laisser 24h. sous pression -
- 14 - Après 24h. sortir les boîtes à tare de l'étuve et les peser (avec leur couvercle) - noter le poids et le n° dans les colonnes "N° de boîte" et "vide (A)" -
- 15 - Fermer l'arrivée d'air comprimé (dévisser le détendeur) et fermer la vanne de la bouteille -

- 16 - Dévisser très progressivement la vis de fermeture de la marmite en laissant fuir doucement l'air comprimé -
- 17 - Pendant ce temps préparer les boîtes à tare, ouvertes, avec leur couvercle enlevé et placé sous la boîte -
- 18 - Enlever le couvercle, desserrer les serre-joints et enlever la plaque poreuse -
- 19 - Très rapidement, enlever chaque anneau de la plaque de porcelaine, le poser dans la boîte à tare correspondante, faire glisser la terre pour retirer l'anneau, fermer aussitôt la boîte -
- 20 - Peser les boîtes à tare (fermées) et noter leur poids dans la colonne " + terre humide (B)" de la feuille de travail -
- 21 - Ouvrir les boîtes à tare, placer le couvercle en dessous et sécher 24h. à l'étuve à 105° -
- 22 - Refermer les boîtes et les peser - le poids étant noté dans la colonne "Sec (C)" de la feuille de travail

En opérant de cette façon 4 séries sont en route simultanément :

- une série → garnissage des anneaux
- " → mise sous pression
- " → sortie de l'appareil, pesée et mise à l'étuve
- " → pesée après séchage

Les dates de ces diverses opérations sont indiquées dans les colonnes correspondantes de la feuille de travail -

METHODE DE TRAVAIL	S	O	L	S
	pF 4,2			

- Une grande plaque de porcelaine sur laquelle a été tracé un cercle de $\varnothing$ 20 cm est placée dans un plateau émaille rempli d'eau jusqu'à affleurer la surface supérieure - dans ce même plateau, à côté de la plaque, on met à tremper une membrane hémiperméable -
- On range 20 anneaux sur la plaque de porcelaine et les garnit d'échantillons comme il est expliqué au sujet des pF 3,0 - 2,8 - 2,5 , opérations n° 2 à 7 -
- Après 24h. d'imbibition sortir la plaque de porcelaine du plateau et la peser sur la paillasse.
- Poser à côté, le fond de de la chambre d'extraction de la presse à membrane - 1^{re} recouvrir d'une toile de nylon à grosses mailles (semblable à la toile de tamis module 29), puis d'une 2^e toile, à trame plus serrée, d'étamine de nylon , mouiller abondamment et les appliquer fortement pour chasser toute bulle d'air - enfin appliquer la membrane qui avait été mise à tremper avec les échantillons - presser pour faire bien adhérer -
- Avec précautions faire glisser chaque anneau, de la plaque de porcelaine sur la membrane -
- Placer le fond de la chambre d'extraction dans l'appareil et visser le couvercle -
- Etablir progressivement la pression dans l'appareil jusqu'à **atteindre** 16 Kg/Cm² -
- Vérifier avec un pinceau et de l'eau savonneuse qu'il n'y a pas de fuite d'air comprimé -
- Maintenir 24h. ~~sous~~ pression
- Opérer ensuite de la façon indiquée au sujet des pF 3,0 - 2,8 - 2,5 , opérations n°s 14 à 22 -

I - Prise d'essai

$$\begin{array}{r}
 \text{Poids du sol séché (C)} \\
 - \\
 \text{Tare de la boîte (A)} \\
 \hline
 = \text{Prise d'essai, en g}
 \end{array}$$

II - Eau retenue

$$\begin{array}{r}
 \text{Poids du sol séché (C)} \\
 - \\
 \text{Poids du sol humide (B)} \\
 \hline
 = \text{Eau retenue, en g}
 \end{array}$$

III - pF

$$\frac{\text{Eau retenue, en g} \times 100}{\text{Prise d'essai, en g}} = \text{pF}$$

ANALYSE DES SOLS

XVII

Perméabilité

Principe

Un échantillon de sol est placé dans un tube calibré, sur un lit de gravier - il est soigneusement imbibé d'eau et placé ensuite sous une charge d'eau constante -

Au bout d'une heure on mesure

- La quantité d'eau écoulée en Cm^3 (V)
- La hauteur de la colonne de terre (C)

La perméabilité est donnée par la formule

$$K = \frac{C}{H} \frac{X}{S} \frac{V}{S}$$

H, était la hauteur de la charge d'eau en Cm
S, la section intérieure du tube en Cm^2

Précision

Nous utilisons pour la mesure du volume d'eau écoulé une éprouvette graduée de capacité totale la plus proche possible du volume à mesurer 10, 50, 100, 250, 500cc ou 1l. dont la précision de mesure est de 1/100 du volume total.

La hauteur de colonne de terre est mesurée avec une précision inférieure (1 mm soit au maximum 1/100).

La cause majeure d'imprécision est due à la Section des tubes -

Nous avons sélectionné parmi les tubes que nous possédons ceux dont le diamètre est compris entre 31,9 et 33,0 mm et utilisons pour nos calculs la surface moyenne de 8,55 cm^2 -

Sur un sol la perméabilité - $K = 12,51$ l'écart dû aux différences de Section des tubes est de $\pm 0,41$ soit 3,25 % -

Nous effectuons 2 mesures sur chaque échantillon à 2 jours d'intervalle (pour éviter d'influencer le manipulateur) - les mesures sont refaites une 3e fois (et même davantage) si la différence entre les 2 mesures est supérieure à 10 % -

Rendement -

Un opérateur peut effectuer 20 déterminations par jour -

Matériel nécessaire pour 1000 déterminations à cette cadence :

- 40 Verres de montre ϕ 150 mm
- 10 Tubes à perméabilité
- 50 Bracslets de caoutchouc
- 50 cm de Tulle - (toile moustiquaire)
- 10 Bechers forme haute de 800 cc
- 1 Eprouvette graduée de 10 cc
- 1 _____ de 50 cc
- 1 _____ de 100 cc
- 1 _____ de 250 cc
- 1 _____ de 500 cc
- 1 _____ de 1000 cc

- Cette détermination est effectuée sur l'échantillon "pour structure" passé au tamis à maille carrée de 2 mm +

- Etaler la totalité de l'échantillon dans un plateau émaillé de 30 x 40 cm - mélanger cette terre avec les doigts dans les sens longueur et largeur, avec précautions pour ne pas détruire les agrégats, jusqu'à ce que la surface paraisse bien homogène - Prélever alors sur toute l'épaisseur de la couche en suivant les diagonales et les médianes -

MODE OPERATOIRE

1. Peser - 50 g de sol. Disposer cette terre sur un grand verre de montre, l'égaliser, la diviser en 5 parts à partir du centre.

- Le tube garni de graviers jusqu'au repère marqué est placé dans un becher de 250 cc, forme haute et on amène le niveau d'eau environ 1,5 cm au dessus du niveau de graviers.

2. Remplissage des tubes.

- Remplir le tube avec la terre en 5 fractions successives. Laisser tomber la première fraction au centre du tube aussi régulièrement que possible : les particules tombent dans l'eau. Egaliser alors le niveau de terre par deux mouvements de rotation du tube.

- Avant de verser pareillement la 2ème fraction, amener le niveau de l'eau 2 cm au dessus du niveau de la terre, en versant l'eau dans le tube avec précaution, pour éviter tout tourbillon ; ajuster alors au même niveau l'eau du becher à l'extérieur du tube et, avant de verser la 2ème fraction de terre, égaliser à nouveau le contenu du tube par 2 rotations, et ainsi de suite pour les 5 fractions.

3. Filtration.

- Remplir d'eau les tubes ainsi préparés jusqu'à 1 cm du bord supérieur. Les placer sur une rampe.
- Alimenter chaque tube par un siphon relié à un cristalliseur alimenté par un flacon de Mariotte et maintenant le niveau constant.
- Régler le tube en hauteur de manière à ce que ce niveau se maintienne au trait supérieur du tube correspondant à 14,5 cm.
- On estime qu'au bout de 10 minutes, l'équilibre est établi. Commencer alors à recueillir l'eau en notant le temps.
- Vérifier le niveau et recueillir l'eau pendant 1 heure - mesurer le volume écoulé avec une éprouvette.
- Mesurer la hauteur de la colonne de terre = distance du niveau supérieur de la terre à son niveau inférieur ajusté au trait du tube.
- Noter ces deux chiffres sur la feuille de travail.

C A L C U L S	S O L S
	Perméabilité

Dans les conditions habituelles, en utilisant des tubes dont le diamètre intérieur est de 33 mm $\pm$ 0,7 mm

$$K = \frac{\text{cc d'eau écoulée (Q) X cm de hauteur de colonne (L)}}{124}$$

Si le diamètre des tubes utilisés étaient différents

1e - Calculer la section du tube (en cm²) =

$$\frac{[\text{diamètre en Cm (avec 2 décimales)}]^2}{4} \times 3,1416$$

$$2e - K = \frac{\text{cc d'eau écoulée (Q) X Cm de hauteur de colonne (L)}}{14,5 \times \text{Section du tube en Cm}^2}$$

ANALYSE DES SOLS

XVIII

Indice de Stabilité Structurale

Principe

L'indice de stabilité structurale (Is) est déterminé grâce à 3 facteurs.

- le pourcentage d'agrégats stables
- la teneur en argile + limon
- la teneur en sables grossiers

qui permettent d'aboutir à la formule

$$IS = \frac{A + L}{\text{Agrégats} - 0,9 \text{ des sables grossiers}}$$

- les agrégats sont déterminés de 3 façons et l'on prend la moyenne des chiffres obtenus =

1e - à l'eau

2e - après traitement à l'alcool qui a un effet "protecteur" sur les structures.

3e - après traitement au benzène qui a un effet "Sensibilisateur" sur les structures.

- la teneur en argile + limon est déterminée sur la suspension obtenue après traitement au benzène (qui doit être la plus riche)

- les sables sont déterminés sur l'ensemble des agrégats -

Rendement - Un opérateur peut effectuer 20 déterminations complètes par semaine.

Produits et matériel nécessaires pour 1000 déterminations à cette cadence :

<u>Produits</u> : Alcool éthylique 95°	11 Kg
Benzène pur cristallisable	11 Kg
Pyrophosphate de Sodium	1,5 Kg
Eau oxygénée technique	20 Kg
Ammoniaque	0,5 Kg

<u>Matériel</u> : Pipette Robinson de 20 cc	1
Eprouvettes graduées de 10 cc	3
" " " de 20 cc	1
Bechers forme basse de 250 cc	30
" " " de 400 cc	10
Verres de montre Ø 80 mm	30
" " Ø 100 mm	1
Capsules porcelaine émaillée, fond plat plat, à bec, Ø 50 mm =	50
Ø 125 mm =	1
Ø 165 mm =	1
Erlen de 750 cc étroite ouverture	1
Allonges à sédimentation de 1000 cc	11
Bouchons caoutchouc n° 42	11
" " n° 28	1
Tamis n°24 toile inox - diamètre 10 cm	1
Jaugeur Héron 2 X 10 cc	1

METHODE DE TRAVAIL	S	O	L	S
	Stabilité Structurale (Is)			

- On opère sur l'échantillon "pour Structure" préparé par tamisage sur maille carrée de 2 mm -

1 - Prélèvement

La totalité de l'échantillon est étalée dans un plateau émaillé de 30 X 40 cm - La terre est alors mélangée, avec les doigts, suivant la longueur et la largeur du plateau - Les parties rejetées sur les bords étant à chaque fois ramenées sur le Centre - on mélange jusqu'à obtenir une couche bien homogène tant en surface qu'en profondeur -

Le prélèvement est alors opéré par points, sur toute l'épaisseur de la couche, en suivant les diagonales et médianes -

2 - Pesée

Pour chaque échantillon peser 3 prises de 10 g qui sont placées dans des bechers de 250 cc marqués du n° d'échantillon et des lettres A, B, E - on pèse tous les échantillons qui doivent être traités dans la journée (chaque groupe de 2 échantillons (6 bechers) demandera 1h. de travail) - les recouvrir aussitôt d'un verre de montre -

3 - Traitement

- Disposer en ligne sur la paillasse 2 échantillons (6 bechers) - entourer chaque échantillon (Bchers A, B, E) d'un trait au crayon gras et marquer sous ces encadrements les chiffres 1 et 2 -

- Placer devant soi la minuterie et le tableau de minutage des opérations (Voir p. 216)

— Disposer à proximité

- Flacon d'alcool et éprouvette de 10 cc
- Flacon de Benzène et éprouvette 10 cc
- 2 bouteilles de 1^l. d'eau permutée
- Pissette d'eau permutée
- Un erlen de 750, (avec bouchon) sur lequel on a marqué un trait de repère à 300 cc
- Une capsule de diamètre 165 mm avec un tamis n°24 de 10 cm de diamètre
- 2 allonges à sédimentation de 1^l. marquées aux n°s des échantillons
- 1 capsule de diamètre 125 mm
- 6 capsules de porcelaine de diamètre 50 mm marquées aux numéros des échantillons et des lettres A, B, E -

— Etaler le sol en couche uniforme au fond des bechers en secouant à la main (légèrement)

- Mettre la minuterie en route, l'aiguille étant sur le 0 -
- Opérer alors en suivant strictement le tableau dans l'ordre des temps et des colonnes -

- L'alcool ou le benzène doivent être ajoutés avec ménagements, en faisant couler lentement le liquide le long de la paroi du becher -
- L'eau est ajoutée rapidement, sans précautions
- Pendant toutes ces opérations les bechers ne doivent pas être bougés -

4 - Agitation - Tamisage

Les opérations doivent être faites très soigneusement et très rapidement - arrivé au temps 30, prendre le becher indiqué sur le tableau (1E), transvaser son contenu dans l'erlen de 750 cc qui avait été préparé, le jet de pissette destiné à entraîner la terre dans l'erlen ne doit jamais être dirigé sur la terre mais sur la paroi libre du becher - ajouter de l'eau dans l'erlen jusqu'à atteindre le trait repère de 300 cc - boucher - agiter 20 fois, à la main, par retournement, avec le maximum d'énergie, (20 mouvements aller et 20 mouvements retour) -

- Faire passer le contenu de l'erlen sur le tamis qui a été préparé dans la capsule - bien rincer l'erlen -

- Tapoter le tamis contre le fond de la capsule pour éliminer les bulles d'air qui ont pu être emprisonnées en dessous -

- Le niveau d'eau dans la capsule doit se trouver à peu près à 1 cm en dessous du bord supérieur du tamis, celui-ci reposant au fond de la capsule -

- Tenir le tamis à pleine main, par dessus, et imprimer un mouvement de rotation de 1/3 de tour environ une fois à droite, une fois à gauche, en faisant monter le tamis dans un sens et descendre dans l'autre de façon telle qu'au moment le plus haut la toile du tamis affleure la surface de l'eau, au moment le plus bas la monture du tamis touche le fond de la capsule - faire ainsi 20 mouvements aller et retour du tamis -

- Retirer le tamis, le renverser sur la capsule de ϕ 125 mm qui avait été préparée, y faire tomber les agrégats d'un jet de pissette, bien laver le tamis afin de tout entraîner -

- Décanter l'eau et, d'un jet de pissette transférer les agrégats dans la petite capsule numérotée qui avait été préparée - mettre à l'étuve à 105° -

- Sur les échantillons B le contenu de la capsule après tamisage est transféré dans l'allonge numérotée -

- Pour les autres échantillons la solution de la capsule est jetée -

- L'ensemble des opérations Agitation-Tamisage ne doit pas excéder 3 minutes 1/2 à 4 minutes -

5 - Pesée des agrégats

Après 24h. d'étuve à 105° les agrégats sont passés sur le plateau de la balance et pesés à 10 mg près - les poids exprimés en g sont inscrits dans la case correspondante de la feuille de travail après pesée les agrégats d'un même échantillon (A, B, E) sont réunis dans un becher de 400 cc marqué au n° de l'échantillon - ils serviront à la détermination des sables grossiers.

6 - Prélèvement Argile + Limon maximum

Lorsque la série de traitements - Tamisages est terminée, prendre les 10 allonges contenant la suspension récupérée après les traitements au Benzène - ajouter une allonge contenant 1^{l.} d'eau permutée, qui servira de témoin - ajouter dans chaque allonge la quantité d'eau nécessaire pour compléter le volume à 1^{l.} - agiter par 1 retournement -

- Disposer les allonges en ligne sur la paillasse

- Placer devant chacune une capsule de porcelaine numérotée et tarée après séchage à 105° - (La tare est à inscrire sur la feuille de travail dans la case correspondante)

- Mesurer la température des suspensions et se rapporter au tableau ci-dessous pour déterminer le temps de chute pour 10 cm =

Tableau des temps de chute

Température d° C	Temps min. sec.	Température d° C	Temps min. sec.
20	4,48	28	3,59
21	4,41	29	3,54
22	4,34	30	3,48
23	4,28	31	3,42
24	4,22	32	3,36
25	4,15	33	3,30
26	4,10	34	3,23
27	4,04	35	3,18

- Agiter l'allonge par 6 retournements lents
- Poser l'allonge
- Ajouter 10 cc de dispersant (Pyrophosphate utilisé pour les granulométries)
- Faire un retournement et poser l'allonge en déclanchant le thermomètre -

- Au bout du temps de chute déterminé prélever à la pipette Robinson 20 cc de suspension à 10 cm de profondeur, et recueillir cette solution dans la capsule tarée correspondante -

- Les capsules sont mises à l'étuve à 105° pendant 24h. puis pesées au milligramme près - les poids sont notés sur la feuille d'analyse dans la case = Capsule + (A + L + D) -

7 - Sables Grossiers

Dans les bechers contenant les agrégats recueillis après la pesée (5) on ajoute 10 cc d'eau oxygénée à 110 Vol.

- Laisser en contact 5 minutes, puis ajouter 20 cc d'eau permutée - agiter - couvrir d'un verre de montre et laisser en contact 1h. environ (jusqu'à ce qu'il n'y ait plus de mousses et que le liquide surnageant soit clair, si nécessaire ajouter à nouveau de l'eau oxygénée) -

- Ajouter 2 gouttes d'ammoniaque et faire bouillir quelques minutes sur le bain sable pour détruire l'excès d'eau oxygénée -

- Passer le tout dans un erlen de 750 cc, ajouter 10 cc de Phosphosphate de Sodium (dispersant utilisé pour les granulométries) et agiter violemment à la main par 20 retournements -

- Passer le tout sur un tamis n°24 de 10 cm de diamètre (celui qui a servi au tamisage des agrégats) - Laver sous un filet d'eau courante, ne pas frotter avec les doigts -

- Si les sables ne paraissent pas bien se laver, passer à nouveau en erlen et recommencer l'agitation avec du dispersant -

- D'un jet de pissette passer les sables lavés dans une capsule de 50 mm de diamètre, numérotée -

- Sécher 24h. à l'étuve à 105° et peser à 10 mg près - noter le poids dans la case = Sables Grossiers de la feuille de travail -

Stabilité Structurale - Minutage du Traitement

Temps en minutes -	Ajouter 10 cc d'alcool dans becher n°	Ajouter 10 cc de Benzène dans becher n°	Remplir d'eau le becher n°	Agitation et Tamisage sur contenu becher n°
0	1 A		1 E	
5		1 B	1 A	
10			1 B	
15	2 A		2 E	
20		2 B	2 A	
25			2 B	
30				1 E
35				1 A
40				1 B
45				2 E
50				2 A
55				2 B

C A L C U L S	S O L S
	Stabilité Structurale (Is)

- 1 - Calculer le dispersant = blanc porté sur la feuille de groupage - l'exprimer en g et le reporter sur chaque feuille d'analyse dans le cadre "Dispersant" -
- 2 - Faire les soustractions indiquées pour obtenir le poids d'A + L que l'on exprime en mg en supprimant la virgule -
Ce poids divisé par 2 donne $\longrightarrow A + L \%$.
- 3 - Faire le total des poids des 3 agrégats
Ce poids, en g, $\times \frac{10}{3}$ donne le % moyen des agrégats $\longrightarrow \frac{AG}{3}$
- 4 - Le poids des sables grossiers $\times 3 \longrightarrow 0,9$ de S₁G.
- 5 - Faire la différence des chiffres obtenus en 3 et en 4
- 6 - Le nombre obtenu en (2) divisé par le nombre obtenu en (5) donne $\longrightarrow Is$.

INDICE DE STABILITE STRUCTURALE

Opérateur :

Commencé le :

Terminé le :

O R I G I N E

Nbre
d'Ech^{ons} :

Transcris le :

Relevé
d'activité :

Série :

TOGO

DAHOMY

N°

Prélè^t

AGREGATS

ARGILE + LIMON

S A B L E S

OBSERVATIONS

Labo.

Pesée

Traite-
ment

Pesée

Tarage
Capsules

Prélèvement

ta

temps

Pesée

Attaque

Lavage

Pesée

S-6...

S.F.-3

STABILITE STRUCTURALE

Pesées

Calculs

S-6..

A + L	Capsule + (A + L + D)	,
	Capsule	,

(-)

A + L + D

Dispersant

D

(-)

En mg.

(

2)

,

A + L %

Agrégats

Eau

,

Alcool

,

Benzène

,

Is = ,

(+)

,

(x

$\frac{10}{3}$)

,

$\Sigma \frac{Ag}{3}$

Sables grossiers (S G)

,

(x

3)

,

0,9 SG (-)

(-)

$\Sigma \frac{Ag}{3} - 0,9 SG$

S-6 ..

	Capsule + (A + L + D)	,
	Capsule	,

(-)

A + L + D

Dispersant

D

(-)

En mg.

(

2)

,

A + L %

Agrégats

Eau

,

Alcool

,

Benzène

,

Is = ,

(+)

,

(x

$\frac{10}{3}$)

,

$\Sigma \frac{Ag}{3}$

Sables grossiers (S G)

,

(x

3)

,

0,9 SG (-)

(-)

$\Sigma \frac{Ag}{3} - 0,9 SG$

Transcrits le :

S.F.-1

ANALYSE DES SOLS

XIX

pH en suspension aqueuse
et KCl environ N

Principe

La mesure du pH se fait sur une suspension de rapport $\frac{W}{S} = 2,5$ à partir de la "terre fine".

Les mêmes mesures sont également effectuées sur sol frais en estimant l'humidité de l'échantillon et calculant d'après cela les poids de sol frais et d'eau de suspension -

Après détermination du pH de la solution aqueuse (eau bouillie pour chasser le CO² éventuel), on ajoute la quantité de KCl nécessaire pour amener à une solution environ normale -

Le KCl sature le complexe échangeable en libérant des ions Cl⁻. Le pH de la nouvelle suspension est alors mesuré (il est généralement inférieur de 0,5 à 1 unité à la mesure précédente).

Précision

Le pHmètre Photovolt utilisé pour ces mesures, nous assure une précision de 0,1 unité pH.

Rendement

Un opérateur peut effectuer, chaque jour, 80 mesures sur 40 échantillons de sol (40 pH eau et 40 pH KCl)

Produits et matériel nécessaires pour 1000 déterminations à cette cadence.

Produits :

Chlorure de Potassium RP 2 Kg
250 cc de Solution Etalon pH 7
250 cc de " " pH 4

Matériel :

40 Erlen de 200 cc
40 Bouchons de polyvinyle
40 Bechers de 100 cc forme basse
10 Barreaux aimantés pour agitateur magnétique,
(enrobés de teflon - 15 x 3 mm
- 221 -

pH dans solution d'eau

- Peser 20 g de terre fine (trous ronds) dans des erlens de 200 cc bouchés
- Ajouter 50 cc d'eau distillée bouillie (conserver en ballons bouchés)
- Laisser en contact 3 h. en agitant 5 minutes chaque heure -
- Passer la suspension dans un becher de 100 cc dans lequel on a placé un barreau aimanté.
- Poser sur un agitateur magnétique
- Faire tourner quelques instants puis introduire avec précaution, les électrodes du pHmètre dans le becher, sans arrêter l'agitation -
- Prendre la température de la suspension et régler le correctement du pHmètre sur cette température -
- Attendre que l'aiguille du pHmètre soit bien stabilisée et faire la lecture -

pH en milieu KCl N

- Ajouter, avec une mesure 3,79 de KCl cristallisé dans le becher où vient d'être mesuré le pH en solution aqueuse. (ce sel est conservé dans l'étuve - le sortir de l'étuve et le placer dans un dessiccateur, dans la pièce où se font les mesures 3h. avant).
- Agiter 3 minutes
- Faire la lecture du pH en prenant soin que l'aiguille du pHmètre soit bien stabilisée.-

pH Eau et KCl

Opérateur :

Commencé le :

Terminé le :

Nature et origine des échantillons

Demandeur :

Nbre d'échant.

Série :

N°
Labo
S-6N°
d'ordrePrise
d'essaiVolume
Eau

t °

pH
EaupH
KCl

O B S E R V A T I O N S

Transcris le =

SF - 34

ANALYSE DES SOLS

XX

Granulométrie

Principe

Les matières humiques du sol sont détruites par traitement à l'eau oxygénée -

Les ions qui risqueraient de maintenir les colloïdes flocculés sont ensuite détruits par un traitement à l'acide, ou par un sel neutre (KCl) dans le cas de sols calcaires.

Les argiles et limons sont alors dispersés par agitation mécanique en présence d'un agent dispersant (hexamétaphosphate ou pyrophosphate de Sodium selon que l'on a affaire à un sol calcaire ou non) -

La solution est ensuite abandonnée au repos afin de permettre la sédimentation des particules qui tombent à une vitesse plus ou moins grande selon leur dimension, leur forme et leur densité -

Ces deux derniers facteurs étant supposés constants, la vitesse de chute a été calculée d'après la formule de **Stokes** -

Des prélèvements de suspension faits à intervalles de profondeur et de temps déterminés permettent de déterminer les proportions d'argiles (éléments $< 2 \mu$), et de limons (éléments $< 20 \mu$) - ce sont les dimensions d'éléments couramment demandés -

Toutefois nous avons été amenés à déterminer parfois les fractions $< 5 \mu$ et $< 10 \mu$ - Nous avons dans ce but calculé des temps de chute dont on trouvera les tableaux ci-après.

Les éléments de dispersions plus importants sont ensuite séparés par tamisage aux mailles de 50μ et 200μ - On obtient ainsi

les	:	Limons grossiers de	20μ à	50μ
		Sables fins de	50μ à	200μ
		Sables grossiers de	200μ à	2000μ

Ces trois fractions sont récupérées après la pesée et conservées séparément (on utilise pour cela des flacons d'antibiotiques récupérés à l'hôpital) -

Précision

Les proportions des diverses fractions granulométriques sont exprimées en % du sol séché à l'air - en ajoutant à leur total le % d'humidité à 105° et la teneur en matières organiques (et éventuellement en calcaire) on doit obtenir un total de 100 % ± 2 % toute fois, dans le cas de sols fortement chargés en matières végétales carbonisées, on n'arrive

pas à détruire entièrement le charbon de bois par traitement à l'eau oxygénée, et les totaux obtenus peuvent alors dépasser 102 %. Il serait alors nécessaire de doser le carbone organique dans les diverses fractions de sables..... ce que nous n'avons jamais eu le temps de faire -

Les pesées des prélèvements d'argiles et de limons sont effectuées à la balance sensible au 1/10 de mg, ce qui dans nos conditions habituelles permet une appréciation de $\pm 0,13$ % -

Les pesées des éléments plus gros que 20 μ sont effectuées à la balance sensible au mg (en l'absence d'appareil plus précis) ou la prise d'essai était plus importante la précision est de $\pm 0,05$ % .

Rendement

Un manipulateur peut effectuer les déterminations de 4 échantillons par jour (une série de 20 tous les 5 jours, 2 séries étant en route simultanément) -

Des aménagements de l'installation actuelle =

- Support de pipette sur rail
- Agitation dans les allonges
- Balance effectuant des pesées plus rapides (et plus précises)

permettraient d'augmenter le rendement de 20 % -

Produits et matériel nécessaires pour 1000 déterminations (5000 fractions granulométriques) à cette cadence =

Produits :

Eau oxygénée technique, 110 Vol.	30 Kg
Ammoniaque	0,5 Kg
Acide chlorhydrique	6 Kg
Chlorure de Potassium	1 Kg
Pyrophosphate de Sodium	1,5 Kg
Hexamétaphosphate de Sodium	1,5 Kg

Matériel :

Bechers de 600 cc	20
Verres de montre ϕ 100 mm	20
Flacons poudriers de 1 ^l . col large (mm) ..	21
Bouchons caoutchouc n°	21
Allonges à sédimentation	20
Bouchons caoutchouc n°	20
Capsules porcelaine à fond plat, à bec, ϕ .	61
Flacons pour conservation des sables 3000 ..	
Eprouvette de 10 cc	1
" de 5 cc	1
Doseur Héron de 2 x 25 cc	2
Pipette Robinson de 20 cc	1

PREPARATION DES SOLUTIONS	S O L S
	Granulométrie

Acide chlorhydrique $\sim N$

80 cm³ d'acide chlorhydrique pur

Eau distillée quantité nécessaire pour 1^l. -

Chlorure de Potassium $\sim N/10$

7,5 g de Chlorure de Potassium dissous à l'eau distillée,
faire volume à 1^l. -

Pyrophosphate de Sodium $P^2O^7Na^4$ -

40 g $P^2O^7Na^4$ dissous à l'eau distillée -
faire volume à 1^l. -

Hexaméta-phosphate de Sodium $(PO^3Na)6$,

52 g $(PO^3Na)6$, 10H²O dissous à l'eau distillée -
faire volume à 1^l. -

--*--*--*--*--*--

S.M.- 37

METHODE D'ANALYSE	S	O	L	S
Granulométrie				

Réduction de l'échantillon

Passer la totalité de l'échantillon contenu dans la boîte dans un séparateur Jones de 1/4 de pouce -

Remettre la moitié de l'échantillon dans la boîte et effectuer une nouvelle séparation sur l'autre moitié -

Faire successivement 3 ou 4 séparations de façon à réduire l'échantillon à un poids de 50 g environ -

Bien mélanger cet échantillon réduit et prélever par points, sur toute l'épaisseur de la couche, pour peser la prise d'essai -

1 - Destruction de la matière organique

- Peser 20 g en becher de 600 cc
- Ajouter 20 cc eau distillée, puis 10 cc eau oxygénée 130 Vol.
- Agiter - Couvrir d'un verre de montre
- Laisser l'attaque se faire à froid 1h., puis à 80° environ sur bain sable, elle est terminée lorsque le liquide surnageant est clair et qu'il n'y a plus de mousses.
- Si nécessaire refaire une 2e attaque à l'eau oxygénée pour les sols très organiques.
- L'attaque terminée, détruire l'excès d'eau oxygénée en faisant bouillir sur plaque chauffante (ajouter 2 gouttes d'ammoniaque concentrée).

2 - Défloculation -a) Sols non calcaires

- Ajouter 50 cc HCl N
- Ajouter 200 cc eau distillée
- Laisser décanter jusqu'à liquide clair - Siphonner
- Remettre 100 cc eau distillée, laisser décanter, - Siphonner
- 3 décantations suffisent à éliminer HCl

b) Sols calcaires

- Ajouter 100 cc KCl N/10 (au lieu d'HCl)
- Faire un témoin avec 100 cc KCl N/10 seul
- Il n'est pas possible de décanter car il y a dispersion d'argile - on retranchera donc le témoin en KCl des résultats.

3 - Dispersion

- Passer toute la terre dans des allonges
- Ajouter 25 cc de dispersant, (pyrophosphate de Na pour sols non calcaires - hexamétaphosphate pour sols calcaires)
- Amener à 200 cc avec eau distillée
- Mettre les allonges sur agitateur rotatif durant 1h.
- Faire un témoin avec 25 cc de dispersant seul

4 - Prélèvements

- Après dilution à 1000 cc les allonges sont retournées plusieurs fois et laissées au repos
- Argile + Limon
- Mesurer la température de la suspension et en déduire le temps de chute pour 10 cm d'après le tableau.
- Après retournement de l'allonge la poser sous la pipette et déclancher le chronomètre.
- Au temps indiqué par le tableau prélever 20 cc à l'aide d'une pipette Robinson, à 10 cm de profondeur -
- Les 20 cc sont écoulés dans une capsule préalablement séchée à l'étuve (105°) et tarée - La tare est inscrite sur la ligne CV - 2e cadre de la feuille d'analyse -
- Argile - On prélève 20 cc après 7h. de repos à une profondeur calculée suivant la température (tableau) moyenne entre température des 2 prélèvements.
- Les 20 cc sont écoulés dans une capsule préalablement séchée à l'étuve 105° et tarée - La tare est inscrite sur la ligne CV - 1e cadre de la feuille d'analyse.
- Les 2 prélèvements sont évaporés à l'étuve à 105° et on pèse les résidus -

Le total capsule + résidu est inscrit

- pour l'argile + limon sur la ligne C + A + L + D du 2e cadre
- pour l'argile sur la ligne C + A + D du 1e cadre sur la feuille d'analyse -

5 - Sables - Siphonnage

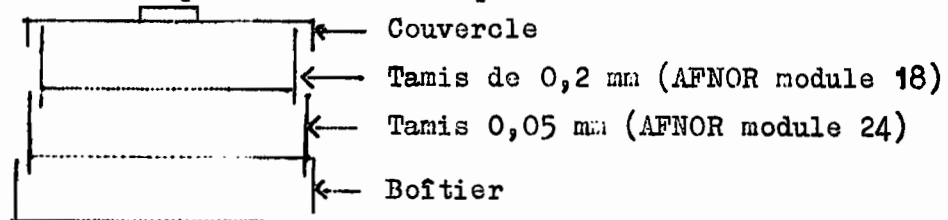
- La suspension est décantée par siphonnage -
- Un trait est tracé à 10 cm du fond de l'allonge, on amène le niveau à ce trait avec de l'eau -
- On ajoute 5 cc de dispersant, on agite
- On siphonne à 2 cm du fond après un temps de repos égal à celui employé pour le prélèvement argile + limon -

On amène de nouveau le niveau à 10 cm du fond avec de l'eau, ajouter de dispersant,

- On siphonne comme précédemment -
- On répète l'opération encore 2 fois, il ne doit plus rester que la fraction sableuse au fond de l'allonge -
- Cette fraction est transvasée en capsule de porcelaine, puis séchée à l'étuve à 105° -

6 - Sables - Tamisage

- Les sables séchés sont pesés - (le poids est noté sur la ligne ST, 3e cadre de la feuille d'analyse) puis tamisés =
- On emboîte un ensemble composé selon le croquis suivant =



- Les sables séchés et pesés sont placés sur le tamis supérieur -
- On place le couvercle et tamiser 10 minutes -
- Vider ensuite les sables tamisés dans des capsules marquées que l'on pèsera -
- Le poids des sables récupérés sur le 1er tamis (0,2 mm) sera inscrit sur la ligne S.G de la feuille d'analyse.
- Le poids des sables récupérés sur le 2e tamis (0,05 mm) sera inscrit sur la ligne S.F de la feuille d'analyse.
- Le poids des sables récupérés dans le boîtier sera inscrit sur la ligne L.G de la feuille d'analyse -
- = Les sables tamisés sont conservés séparément dans de petits flacons étiquetés qui sont remis au chef de laboratoire (il y a donc 3 flacons par échantillon) -

TABEAU DE PRELEVEMENTS

t 2 C	<u>Argile + Limon</u> Temps de prélèvement en minutes - secondes pour 10 cm.		<u>Argile</u> Profondeur de prélè- vement après 7 h.	
	min	sec	cm	
20°	4,48		8,8	
21	4,41		9,0	
22	4,34		9,2	
23	4,28		9,4	
24	4,22		9,7	
25	4,15		9,9	
26	4,10		10,1	
27	4,04		10,3	
28	3,59		10,6	
29	3,54		10,8	
30	3,48		11,0	
31	3,42		11,4	
32	3,36		11,6	
33	3,30		11,9	
34	3,23		12,2	
35	3,18		12,5	

S.M.46

METHODE D'ANALYSE

S O L S

Granulométrie

Temps de chute pour 10 cm

particules de 5 μ

Température	Temps de Chute		
	h.	min.	sec.
20	1	16	48
21	1	14	53
22	1	13	07
23	1	11	22
24	1	10	41
25	1	08	10
26	1	06	33
27	1	05	07
28	1	03	17
29	1	02	14
30	1	00	57

Temps de chute pour 20 cm
particules de 10^u

Température	Temps de Chute		
	h.	min.	sec.
20	0	19	12
21	0	18	43
22	0	18	13
23	0	17	50
24	0	17	26
25	0	17	02
26	0	16	38
27	0	16	16
28	0	15	55
29	0	15	33
30	0	15	14

CALCUL DES ANALYSES	S	O	L	S
	Granulométrie			

Tous les poids inscrit sur la feuille d'analyse sont exprimés en g -

I - Blanc

(Colonne horizontale supérieure)
Faire Différence : Capsule pleine

$$\begin{array}{r} - \text{Tare} \\ = D \text{ exprimé en g} \end{array}$$

II - Transcrire D sur la 4e ligne du cadre "argile" de chacun des éch^{ons} -

III - Cadre/Argile/

$$\begin{array}{rcl} \text{a) faire la Différence} & = & C + A + D \\ & - & CV \\ \hline & = & A + D \end{array}$$

$$\begin{array}{rcl} \text{b) faire la Différence} & = & A + D \\ & - & D \\ \hline & = & A \end{array}$$

$$\text{c) } \frac{A \text{ en g} \times \text{Vol. Suspension en cc} \times 100}{\text{Vol. prélèvement en cc} \times \text{P.E en g}} = A \%$$

Dans les conditions habituelles

$$\begin{array}{l} \text{P.E.} = 20 \text{ g, Vol. Susp.} = 1^{\text{l}}, \text{prélèvement} = 20 \text{ cc} - \\ A \text{ en g} \times 250 = A \% \end{array}$$

IV - Cadre/Limon/

$$\begin{array}{rcl} \text{a) faire la Différence} & = & C + A + L + D \\ & - & CV \\ \hline & = & A + L + D \end{array}$$

$$\begin{array}{rcl} \text{b) faire la Différence} & = & A + L + D \\ & - & A + D \\ \hline & = & L \end{array} \quad \leftarrow \begin{array}{l} \text{(à prendre dans le cadre} \\ \text{"argile" 3e ligne)} \end{array}$$

$$c) \frac{L \text{ en g} \times \text{Vol. Suspension en cc} \times 100}{\text{Vol. prélèvement en cc} \times P.E \text{ en g}} = L \%$$

Dans les conditions habituelles

$$P.E = 20 \text{ g, Vol. Susp.} = 1^{\text{l.}}, \text{prélèvement} = 20 \text{ cc}$$

$$L \text{ en g} \times 250 = L \%$$

V - Cadre/Sables/

$$a) \frac{L.G. \text{ en g} \times 100}{P.E. \text{ en g}} = L.G. \%$$

$$b) \frac{S.F. \text{ en g} \times 100}{P.E. \text{ en g}} = S.F. \%$$

$$c) \frac{S.G. \text{ en g} \times 100}{P.E. \text{ en g}} = S.G. \%$$

Dans les conditions habituelles

$$P.E. = 20 \text{ g}$$

$$L.G. \text{ en g} \times 5 = L.G. \%$$

$$S.F. \text{ en g} \times 5 = S.F. \%$$

$$S.G. \text{ en g} \times 5 = S.G. \%$$

VI - Total

a) Reporter sur la ligne "Humidité" la teneur % d'humidité à relever sur la feuille d'analyse "Humidité à 105°"

b) Faire le "total partiel" de la colonne =

$$\begin{array}{r} A \% \\ L \% \\ LG \% \\ SF \% \\ SG \% \\ + \text{Humidité} \% \\ \hline = \text{Total partiel} \end{array}$$

c) Reporter sur les lignes

- "Matières organiques" le chiffre relevé sur la feuille d'analyse après l'avoir divisé par 10 -

- "Calcaire" le chiffre relevé sur la feuille d'analyse de "Calcaire total" -

d) Faire le total des chiffres

$$\text{Total partiel} + \text{Matière organique} + \text{Calcaire} = \text{TOTAL}$$

DAHOMEY

Opérateur :

Commencé le :

Terminé le :

Nbre d'Ech^{ons} :

Transcris le :

Relevé
d'activité :

Série :

N° Labo

N°
d'ordre

Attaque

Déflo-
culationDisper-
sion

Prelève-
ment
A + L

Prélève-
ment
Argiles

-Siphon-
nage
Sables

Tamisages

O B S E R V A T I O N S

G.C. - GRADUOMÉTRIQUES		Demandeur :	Origine	Opérateur	Nbre d'Ech=	Commencé le	Terminé le
Calcaire	Blanc	Calcaire	KCl + (PO ³ Na)6	Capsule pleine	D →	Transcrit le,	
Non Calcaire	Non Calcaire	P ² O/Na ⁴	Tare				
Vol. Surp) N° Labo							
cc) 8 - 6							
C+A+D	%						
C.V							
A+D							
D							
A							
C+A+L+P							
CV							
A+L+D							
A+D							
L							
L.G.							
S.F.							
S.G.							
SOMMA							
S.T.							
Humidité %							
Total partiel							
Matière Organique %							
Calcaire %							
TOTAL							

ANALYSE DES SOLS

XXI

Extraction d'Argile
en vue de son examen (analyse chimique, rayons X, ADT, etc...)

Principe

On prélève de la façon habituelle, une quantité de sol suffisante pour obtenir environ 10 g d'argile -

La prise d'essai est traitée à l'eau oxygénée pour détruire la matière organique, puis les ions basiques sont éliminés par traitement à l'acide chlorhydrique N/10 -

Un lavage à l'eau élimine toute trace d'acide chlorhydrique résiduel.

L'argile est ensuite mise en suspension par agitation mécanique en présence d'ammoniaque comme dispersant -

Après un temps de repos calculé d'après la vitesse de chute un prélèvement important est fait qui permet de recueillir environ 80 % de l'argile présente -

La solution prélevée est évaporée à une température inférieure ou égale à 60°C - le résidu est séché sous des lampes à infra-rouges qui permettent une bonne dessiccation sans dépasser cette température -

Les réactifs utilisés très dilués et le séchage à faible température permettant d'extraire d'argile sans attendre la structure du réseau cristallin -

Rendement

Un opérateur peut traiter une série de 10 échantillons tous les 3 jours - 4 séries étant en route simultanément -

Produits et matériel nécessaires pour 1000 extractions à cette cadence :

Produits :

Eau oxygénée technique à 110 Vol.	50 Kg
Acide chlorhydrique concentré	25 Kg
Ammoniaque concentrée	18 Kg
Triéthanolamine	300 cc
Potasse caustique	100 g
Nitrate d'argent	100 g
Réactif de Patton et Reeder	1 g
Papier filtre pour filtration sous vide ϕ 90 mm (Durieux n° 128)	1100

Matériel

Bechers forme basse de 600 cc	30
" " " 1000 cc	20
Entonnoirs de Büchner $\varnothing$ 95 mm	10
Fioles pour filtration sous vide de 1 ^l	10
Barils en verre de 10 ^l . avec robinet inférieur fixé par rodage émeri = 2	
Support de 10 tubes à essai	2
Tubes à essai	2
Eprouvettes graduées de 100 cc	2
" " de 20 cc	1
Flacons pour agitation mécanique	20
Allonges de sédimentation de 1 ^l	10
Bouchons caoutchouc n° 40	20
" " n° 42	10

Eau oxygénée à 15 Vol.

1^l,400 eau oxygénée technique 110 Volumes
compléter à 10^l. avec eau permutée - Conserver en baril de verre à robinet
à rodage émeri - Prendre le baril en jaune ou noir -

Acide chlorhydrique N/10

85 cc acide chlorhydrique concentré
Volume à 1^l. avec eau permutée

Triéthanolamine à 50 %

Dilution à 80 % avec eau permutée

Nitrate d'argent environ N/10

17 g de NO³Ag dissous à l'eau permutée -
Ajuster le volume à 1^l. -

Potasse 3 N

84 g de Potasse caustique en pastilles sont dissous dans 400 cc d'eau
permutée - bien agiter -
Laisser refroidir, puis compléter le volume à 500 cc

Réactif de Patton et Reeder

- Poser dans un mortier 50 g de Chlorure de Sodium
- Peser ensuite 50 mg de réactif de Patton et Reeder
- Broyer pour bien homogénéiser
- Conserver en boîte plastique

METHODE DE TRAVAIL	S O L S
	Extraction d'Argile

I - REDUCTION DE L'ECHANTILLON

Passer la totalité de l'échantillon contenu dans la boîte dans un séparateur Jones de 1/4 de pouce -

Remettre la moitié de l'échantillon dans la boîte et effectuer une nouvelle séparation sur l'autre moitié -

Faire successivement 3 ou 4 séparations de façon à réduire l'échantillon à un poids environ double de la prise d'essai -

Bien mélanger cet échantillon réduit et prélever par points, sur toute l'épaisseur de la couche, pour peser la prise d'essai -

II - ATTAQUE

- Peser pour chaque échantillon la quantité indiquée sur la feuille d'analyse
- Mettre l'échantillon dans un becher de 600 cc
- Ajouter 100 cc d'eau oxygénée à 15 Vol.
- Chauffer doucement au bain sable réglé à 80°
- Chauffer jusqu'à évaporation presque complète (obtention d'une boue très liquide)
- Ajouter encore 100 cc d'eau oxygénée à 15 Vol.
- Evaporer à nouveau jusqu'à obtention d'une boue très liquide
- Répéter une 3e fois cette opération
- Reprendre ensuite le résidu par 100 cc d'acide chlorhydrique ~N/10 - agiter, puis laisser reposer 2 h.-

III - FILTRATION - LAVAGES

Disposer sur un entonnoir de büchner de 95 mm un filtre plat "pour le vide" n°128 de 90 mm - l'entonnoir étant fixé sur une fiole à filtration sous vide, reliée à une trompe à eau.

- Filtrer la suspension et tout entraîner sur le filtre d'un jet de pissette - si la solution est trop lente à s'écouler, brancher le vide.
- Laver 5 fois avec l'acide chlorhydrique ~N/10
- A la fin du dernier lavage contrôler l'absence de Calcium de la façon suivante :

Contrôle de l'absence de Calcium

- Prélever environ 5 cc de solution dans un tube à essai
- Ajouter 5 gouttes de triéthanolamine à 50 %
- Ajouter 3 gouttes de potasse ~ 3 N
- Ajouter une mesure de réactif de Patton et Reeder
- Si la solution est rose → présence de Calcium
- Si la solution est bleue → absence de Calcium

Si le contrôle décèle la présence de Calcium

- Laver encore 5 fois avec Acide chlorhydrique N/10
- Effectuer un nouveau contrôle -

Si le contrôle décèle l'absence de Calcium

- Laver 5 fois à l'eau distillée
- A la fin du dernier lavage contrôler l'absence de Chlore, de la façon suivante :

Contrôle de l'absence de Chlore

- Prélever 5 cc environ de solution dans un tube à essai
- Ajouter 5 gouttes de Nitrate d'argent
- Si on a un trouble blanc → présence de Chlore
- Si la solution reste limpide → absence de Chlore

Si le contrôle décèle la présence de Chlore

- Effectuer 5 lavages de plus à l'eau distillée
- Effectuer un nouveau contrôle

Si le contrôle décèle l'absence de Chlore =

IV - DISPERSION

Faire passer le sol contenu sur le papier filtre dans un flacon pour agitation mécanique - Compléter à 900 cc avec eau distillée, ajouter 15 cc d'ammoniaque et agiter 4h.-

V - AGITATION - PRELEVEMENT

Passer en allonge, compléter le volume à 1000 cc avec eau distillée - agiter, mesurer la température puis laisser déposer le temps fixé par le tableau ci-dessous -

Température $^{\circ}\text{C}$	Temps de chute pour 20 cm en heure-minutes
10	20.46
11	20.42
12	19.38
13	19.08
14	18.38
15	18.10
16	17.42
17	17.14
18	16.48
19	16.24
20	16.00
21	15.36
22	15.14
23	14.52
24	14.32
25	14.16
26	13.52
27	13.34
28	13.16
29	12.58
30	12.42

- Après le temps fixé, siphonner à l'aide de l'appareillage prévu (tige à bout recourbé et flacon de récupération) -

Le siphon doit être enfoncé très lentement, en maintenant son orifice à 1 cm environ en dessous de la surface libre du liquide -

Siphonner tout le liquide sur une hauteur de 20 cm -

- La solution siphonnée est placée dans un becher de 1^l. taré -

VI - DESSICATION

- Evaporer d'abord sur plaque chauffante (graduation 40 du simerstat), puis dans l'étuve à infra-rouges (température toujours inférieure à 60[°])-
- Peser les bechers séchés -
- Récupérer l'argile l'écraser légèrement au mortier de porcelaine de la façon à détruire les agglomérats, sans broyer et la passer dans des sachets de plastique étiquetés de la façon suivante : Argile de l'éch^{on}.
n° Labo = S-6../...

VII - RECUPERATION DES SABLES

Lorsque la feuille d'analyse indique "Sables à conserver"

- Passer dans un becher de 600 cc tout ce qui reste dans l'allonge après siphonnage de l'argile, d'un jet de pissette bien laver l'allonge et récupérer les sables ayant collé au bouchon -
- Mettre le tout à évaporer dans l'étuve à infra-rouges -
- Quand les sables sont séchés les passer dans un sachet de plastique avec une étiquette (en double l'une à l'intérieur, l'autre à l'extérieur du sac) portant la mention "Sables séparés - Ech~~on~~ S-6../.....

~~Operational~~

Demandeur :

Nbre d'Echantillons :

Transcrit le :

244

ANALYSE DES SOLS

XXII'

Granulométrie des Sables

(éléments $\geq 50\mu$)

Principe

Sur un poids d'échantillon suffisamment important pour donner environ 20 g de sable, opérer la séparation des éléments $\leq 20\mu$ par sédimentation -

On sépare ensuite par tamisage humide toutes les parties inférieures à 50μ (suspension d'argile imprégnant les sables et "Limon grossiers") les sables sont ensuite séchés, puis pesés et placés sur une colonne de tamis -

La durée du tamisage a été fixée à 12 minutes, durée suffisante pour une bonne séparation et trop faible pour que l'on puisse craindre un broyage des grains friables -

Chaque fraction granulométrique est ensuite pesée et le poids est rapporté à celui du sable séparé pour obtenir les % -

Précision - $\pm 0,05 \%$

Si l'on doit faire la séparation sable/argile, un opérateur ne peut traiter que 10 échantillons par semaine -

Si l'on opère sur des sables déjà séparés, un opérateur peut effectuer 10 déterminations par jour -

Produits et matériel nécessaires pour 1000 déterminations à cette cadence -

- Séparation d'argiles Voir à ce chapitre
- Granulométrie des Sables

Produits :

1,100 Kg de pyrophosphate de Sodium (pour Sols non calcaires)

1,500 Kg d'hexamétaphosphate de Sodium (pour Sols calcaires)

Matériel :

20 Capsules de porcelaine à fond plat $\emptyset$

1 Tamis module 18 en toile d'acier inoxydable $\emptyset$ 200 mm $\times$ h = 77 mm
(modèle T H de la maison SAULAS) -

1 Tamis module 21 en toile d'acier inoxydable $\emptyset$ 100 mm

1	24
1	25
1	26
1	27
1	28
1	30
1	31
1	32
1	33

METHODE D'ANALYSE	S	O	L	S
	Granulométrie des Sables (> 50 μ)			

Si l'extraction d'argile a été opérée sur l'échantillon

Demander les "sables récupérés" après extraction - les mettre dans un flacon à agitation comme il est expliqué au paragraphe II - (dispersion) - et suivre entièrement la méthode à partir de là.

Si l'extraction d'argile n'a pas été demandée opérer de la façon suivante :

I - Prélèvement de la prise d'essai

Réduire la totalité de l'échantillon contenu dans la boîte par passages successifs au "séparateur Jones" jusqu'à obtenir une quantité inférieure à deux fois le poids d'échantillon à peser -

Bien mélanger le sol résultant de cette opération et peser le poids indiqué sur la feuille d'analyse de la colonne "poids de sol attaqué", dans un becher de 600 cc

II - Séparation des éléments < 50 μ

- Ajouter 20 cc eau distillée, puis 10 cc eau oxygénée 130 vol.
- Agiter - Couvrir d'un verre de montre
- Laisser l'attaque se faire à froid 1h., puis à 80° environ sur bain sable, elle est terminée lorsque le liquide surnageant est clair et qu'il n'y a plus de mousse.
- Si nécessaire refaire une 2e attaque à l'eau oxygénée pour les sols très organiques.
- L'attaque terminée, détruire l'excès d'eau oxygénée en faisant bouillir sur plaque chauffante (ajouter 2 gouttes d'ammoniaque concentrée).

- Défloculation -

a) Sols non calcaires

- Ajouter 50 cc HCl N
- Ajouter 200 cc eau distillée
- Laisser décanter jusqu'à liquide clair - Siphonner
- Remettre 100 cc eau distillée, laisser décanter, - Siphonner
- 3 décantations suffisent à éliminer HCl

b) Sols calcaires

- Ajouter 100 cc KCl N/10 (au lieu d'HCl)
- Ne pas décanter

Dispersion

Passer toute la terre dans des flacons pour agitation portant 1 trait de repère pour indiquer le volume de 800 cc et un 2e trait à 10 cm en dessous du premier -

Ajouter 25 cc de dispersant (pyrophosphate pour sols non calcaires, hexamétaphosphate pour sols calcaires).

Ajouter de l'eau jusqu'au trait de repère supérieur -

Agiter mécaniquement durant 1h. -

Séparation des argiles et limons

- Mesurer la température et relever le temps de chute correspondant pour 10 cm sur le tableau ci-dessous :

° C	<u>Argile + Limon</u> Temps de prélèvement en minutes - secondes pour 10 cm.	
	min.	sec.
20°	4	48
21	4	41
22	4	34
23	4	28
24	4	22
25	4	15
26	4	10
27	4	04
28	3	59
29	3	54
30	3	48
31	3	42
32	3	36
33	3	30
34	3	23
35	3	18

- Agiter 10 fois le flacon et déclancher le chronomètre à la fin de l'agitation.
- Après le temps de chute indiqué par le tableau siphonner la solution à 10 cm de profondeur - (solution n'est pas récupérée) -
- Disposer un tamis de 50 μ (module 18 AFNOR) à monture haute sous un robinet d'eau -
- Remplir le flacon d'eau, agiter un peu et décanner la solution sur le tamis - répéter 2 fois cette opération puis passer la totalité des sables sur le tamis -

Bien laver sur le tamis à l'aide d'un jet d'eau de faible puissance afin d'entraîner les parties fines à travers la toile.

A l'aide d'un jet de pissette passer la totalité des sables dans une capsule de porcelaine tarée -

Sécher une nuit à l'étuve à 105° - peser les sables secs.

III - Tamissage

Empiler sur la machine à tamiser, dans l'ordre suivant :

- une boîte de "fond de colonne"
 - un tamis n° 21
 - " " n° 24
 - " " n° 25
 - " " n° 26
 - " " n° 27
 - " " n° 28
 - " " n° 30
 - " " n° 31
 - " " n° 32
 - " " n° 33
-
- placer sur ce dernier tamis les sables séchés à 105°
 - placer un couvercle et fixer solidement la colonne sur l'agitateur mécanique.
 - mettre en agitation en réglant la minuterie sur 12 minutes.
 - Lorsque le tamissage est terminé, récupérer le refus restant sur chacun des tamis dans des capsules et les peser en inscrivant les poids dans les colonnes correspondantes de la feuille d'analyse.-

MODE DE CALCUL	S	O	L	S
	Granulométrie des Sables > 50 <i>u</i>			

1 - Sable

$$\begin{array}{r}
 \text{Poids capsule + Sable} \\
 - \\
 \text{Tare capsule} \\
 \hline
 = \frac{\text{Sable en g} \times 100}{\text{Poids de sol attaqué en g}} = \% \text{ Sable}
 \end{array}$$

2 - Granulométrie

Pour chaque fraction granulométrique =

$$\frac{\text{Poids en g du refus} \times 100}{\text{Poids de Sable en g}} = \%$$

3 - Faire le total de chaque colonne :

Poids en g et % .

M. GOUZY

**L'ANALYSE DES SOLS,
EAUX et VÉGÉTAUX AU
CENTRE ORSTOM DE LOMÉ**

TOME II

**ANALYSE DES EAUX
ANALYSE DES VÉGÉTAUX**

**MÉTHODES SPÉCIALES POUR TRACES OU FORTES TENEURS
SOLUTIONS TITRÉES**

OFFICE DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE ET TECHNIQUE OUTRE-MER

CENTRE DE LOMÉ



L'Analyse des Sols,
Eaux et Végétaux au
Centre ORSTOM de Lomé

Tome I

+

1e Partie Organisation du Laboratoire

2e Partie Analyse des Sols

Tome II

+

3e Partie Analyse des Eaux

4e Partie Analyse des Végétaux

5e Partie Méthodes spéciales pour traces ou fortes teneurs

6e Partie Solutions titrées

Index Alphanétique des Dosages
décrits dans les Tomes I et II

		<u>TOME</u>	<u>PAGE</u>
(A)	Acide chlorhydrique Solutions titrées	II	183
	sulfurique	II	181
	Alumine - par Complexométrie dans les analyses générales	I	170
	- par "Décomplexométrie"	II	149
	- en présence de fortes teneurs en Phosphore ..	II	151
	- en présence de fortes teneurs en Fer	II	152
	- attaque d'échantillons fortement alumineux ..	II	156
	Aluminium dans les eaux - dosage colorimétrique -	II	82
	Solution titrée	II	194
	Ammonium sulfate - Solution titrée	II	186
	Analyses générales par attaque triacide ou fusion		
	alcaline	I	158
	Argent nitrate - Solutions titrées	II	176
	Argiles - Extraction	I	237
	Azote total dans les Sols	I	38
	dans les Végétaux	I	104
(B)	Bases échangeables (Voir à Complexe échangeable) -		
	Bases totales - Extraction	I	95
	Baryum chlorure - Solution titrée	II	185
	Bicarbonates dans les eaux - Gravimétrie	II	24
	- Volumétrie	II	29
	Bichromate de Potassium - Solutions titrées	II	170
(C)	Calcaire - Détermination au Calcoimètre BERNARD	I	190
	Calcium - Complexométrie - dans les analyses générales	I	176
	- dans les Bases échangeables	I	59
	- dans les Bases totales (en présence de NH_4^+)	I	99
	- dans les Eaux (en présence de NH_4^+)	II	53

	<u>TOME</u>	<u>PAGE</u>
(C) Calcium - Complexométrie dans les Végétaux	II	118
----- - Interférence sur dosage photométrique de Na et K ..	I	53
----- - Solutions titrées	II	165
Carbonates dans les Eaux - Gravimétrie	II	24
----- - Volumétrie	II	29
----- dans les Solutions de Bases échangeables - Gravimétrie	I	81
Carbone organique dans les Sols - Méthode ANNE	I	32
Chlore dans les Eaux - Méthode VOLHARD -	II	8
----- dans les Solutions de Capacité d'échange	I	73
----- dans les Solutions de Bases échangeables (Sels solubles)	I	87
Chlorhydrique acide (Voir à Acides)		
Chrome - dosage colorimétrique de traces	II	136
Cobalt - dosage colorimétrique de traces	II	135
Complexe échangeable des Sols non calcaires et non salés	I	53
----- calcaires et salés		
- dosage des anions	I	77
- dosage des cations ...	I	79
Complexon III - Solutions titrées	II	163
Guivre - dosage colorimétrique de traces	II	138
Cyanogène (anion) - dosage argentimétrique	II	144
(D) Débits Solides des Eaux	II	94
(E) Eaux - (analyse des)	II	1
----- diverses formes dans les Sols	I	194
----- actuelle	I	194
----- hygroscopique	I	194
----- de Constitution (Méthode du tube de PENFIELD)	I	196
(F) Fer - dans les analyses générales	I	174
----- dans les eaux - Colorimétrie	II	77
----- Volumétrie par le Bichromate de Potassium	I	110
----- Influence de traces de platine dans le dosage Volumé- trique au Bichromate de Potassium	I	109

	<u>TOME</u>	<u>PAGE</u>
(F) Fer - dans les Eaux - Iodométrie	I	115
- Ferreux - Méthodes	I	130
" , facilement Soluble	I	131
" , par attaque de BERZELIUS	I	136
" , par méthode de BILGRAMI	I	138
- Libre - Méthodes	I	118
" , Extraction	I	121
" , Volumétrie	I	121
" , Colorimétrie	I	125
- Solutions titrées	II	187
Flétrissement (point de)	I	201
(G) Granulométrie des Sols	I	224
des Sables	I	245
(H) Acides Humiques - Séparation et titrage	I	44
Matières Humiques - Extraction au Pyrophosphate et dosage	I	44
Hyposulfite de Sodium - Solutions titrées	II	174
(M) Magnésium - dosage complexométrique dans les Eaux	II	53
Analyses Générales	I	176
Bases échangeables	I	62
Bases totales ...	I	103
Sels Solubles ...	I	93
Végétaux	II	118
Manganèse - dosage colorimétrique dans les Analyses Générales	I	183
Molybdène - dosage colorimétrique de traces	II	140
(N) Nitrates - Colorimétrie dans les Eaux	II	44
- Solution titrée	II	193
Nitrites - Colorimétrie dans les Eaux	II	41
- Solution titrée	II	192
(O) Oxygène dissous dans les Eaux - Méthode de WINCKLER	II	48

	<u>TOME</u>	<u>PAGE</u>
(P) - Perméabilité des Sols	I	207
- Permanganate de Potassium - Solutions titrées	II	172
- pF (Voir Flétrissement) - .		
- pH des Eaux	II	87
- des Sols	I	221
Phosphore dans les Eaux - Colorimétrie	II	36
- dans les Sols - Assimilable - Colorimétrie	I	153
- Total - par Volumétrie	I	139
- " par Colorimétrie	I	146
- dosage de fortes teneurs	II	153
- Solutions titrées	II	191
dans les Végétaux	II	111
- Plomb - dosage colorimétrique de traces	II	148
- Potassium - par photométrie - dans les Analyses Générales ..	I	186
- dans les Eaux	II	62
- dans les Bases échangeables ..	I	65
- dans les Bases totales	I	106
- dans les Sels Solubles	I	88
- dans les Végétaux	II	118
- Solutions titrées pour Photométrie de Flamme ...	II	199
(Q) - Quartz - en présence de Silicates, par attaque phosphorique .	II	157
(R) - Résistivité des Eaux	II	87
(S) - Silice dans les Eaux par Gravimétrie	II	46
- Silice libre et combinée par attaque triacide	I	165
- " totale par fusion alcaline	I	167
dans les échantillons très alumineux	II	156
- Sodium - par Photométrie - dans les Analyses Générales	I	186
- dans les Eaux	II	62
- dans les Bases Echangeables	I	65
- dans les Bases totales	I	106
- dans les Sels solubles	I	88
Solutions titrées	II	196

	<u>TOME</u>	<u>PAGE</u>
(S) - Soude - Solutions titrées	II	196
- Sols (analyse des)	I	17
- Solutions titrées	II	160
- Soufre total dans les Végétaux - Gravimétrie	II	128
- Sulfates dans les Eaux - par Gravimétrie	II	15
- par Complexométrie	II	19
dans les Solutions de Percolations (Sels solubles).	I	85
- Sulfurique (Voir Acide)		-
- Sulfocyanure d'Ammonium - Solutions titrées	II	178
(T) - TA et TAC des Eaux (V. à Carbonates et Bicarbonates)		-
- Thiocyanate (Voir à Sulfocyanure)		-
- Thiosulfate (Voir à Hyposulfite)		-
- Titane - Colorimétrie dans les Analyses Générales	I	179
- " dosage de teneurs importantes par réduction-oxydation	II	154
- " Solutions titrées	II	189
- Turbidité des Eaux (Voir à Débits Solides)		-
(V) - Végétaux (l'analyse des)	II	98
(Z) - Zinc - dosage colorimétrique de traces	II	147
Solutions titrées	II	168

TABLE ANALYTIQUE
des Matières du Tome II

<u>3e Partie - L'analyse des eaux</u>	1
<u>I - Généralités</u>	3
- Demandes d'analyses	5
- Avancement du travail	6
- Résultats d'analyses	7
<u>II - Cl⁻ (Méthode de VOLHARD)</u>	8
- Préparation des Solutions	9
- Méthode d'analyse	10
- Calcul des analyses	11
- Feuille de travail	14
<u>III - SO⁴⁻⁻</u>	
<u>A - Gravimétrie (teneurs > 1 eq./m³)</u>	15
- Méthode d'analyse	16
- Calcul des analyses	17
- Feuille de travail	18
<u>B - Complexométrie (teneurs < 1 eq./m³)</u>	19
- Préparations des Solutions	20
- Méthode d'analyse	21
- Calcul des analyses	22
- Feuille de travail	23
<u>IV - CO^{3H-} et CO³⁻⁻</u>	
<u>A - Gravimétrie</u>	24
- Préparation des Solutions	25
- Méthode d'analyse	26
- Calcul des analyses	28

<u>B - Volumétrie (titre alcalimétrique)</u>	29
- Préparation des Solutions	31
- Méthode d'analyse	32
- Calcul des analyses	33
- Feuilles de travail	35
<u>V - PO_4^{4-}</u> (Colorimétrie du Bleu de Molybdène)	36
- Préparation des Solutions	37
- Méthode d'analyse	38
- Calcul des analyses	39
- Feuille de travail	40
<u>VI - NO_2^-</u> (Colorimétrie de la Tropéoline)	41
- Préparation des Solutions	42
- Méthode d'analyse	43
<u>VII - NO_3^-</u> (Colorimétrie à la Diphenylamine Sulfonée)	44
- Méthode d'analyse	45
<u>VIII - SiO_2</u> par Gravimétrie	46
- Méthode d'analyse	47
<u>IX - Oxygène dissous</u> - Méthode de WINKLER	48
- Préparation des Solutions	49
- Méthode d'analyse	50
- Calcul des analyses	51
- Feuille de travail	52
<u>X - Ca et Mg par Complexométrie</u>	53
- <u>Ca^{++}</u> - Préparation des Solutions	55
- Méthode d'analyse	56
- Calcul des analyses	57
- <u>Mg^{++}</u> - Préparation des Solutions	58
- Méthode d'analyse	59
- Calcul des analyses	60
<u>Ca et Mg</u> - Feuille de travail	61

<u>XI - Na⁺ et K⁺ par Photométrie de Flamme</u>	62
- Méthode d'analyse	63
- Calcul des analyses	66
- Feuille de travail	76
<u>XII - Fe par Colorimétrie de l'O.phenantroline</u>	77
- Préparation des Solutions	78
- Méthode d'analyse	79
- Calcul des analyses	80
- Feuille de travail	81
<u>XIII - Al par Colorimétrie à l'Eriochrome Cyanine</u>	82
- Préparation des Solutions	83
- Méthode d'analyse	84
- Calcul des analyses	85
- Feuille de travail	86
<u>XIV - pH et Résistivité</u>	87
- Méthode de mesure du pH	89
- Méthode de mesure de Résistivité	90
- Calcul de la Résistivité et de la Conductivité	92
- Feuille de travail , ...	93
<u>XV - Débits Solides (Turbidité)</u>	94
- Méthode d'analyse	95
- Calculs	96
- Feuille de travail	97
<u>4e Partie - Analyse des Végétaux</u>	98
<u>I - Généralités</u>	99
- Demandes d'analyses	101
- Avancement du travail	102
- Résultats d'analyses	103

<u>II - Azote total</u>	104
- Préparation des Réactifs	106
- Méthode d'analyse	107
- Calcul des analyses	109
- Feuille de travail	110
<u>III - Phosphore total</u>	111
- Préparation des Solutions	113
- Méthode d'analyse	114
- Calcul des analyses	116
- Feuille de travail	117
<u>IV - Ca, Mg, K</u>	118
- Nettoyage des capsules de quartz	120
- Mise en solution pour Ca, Mg, K	121
- Calculs des analyses pour Ca, Mg	122
- " " " pour K	123
- Feuille de travail pour Ca, Mg	126
- Feuille de travail pour K	127
<u>V - Soufre total</u>	128
- Méthode d'analyse	130
- Calcul des analyses	131
- Feuille de travail	132
 <u>5e Partie - Méthodes Spéciales pour traces ou fortes teneurs</u> ...	133
I - Cobalt - dosage de traces au nitro sel R	135
II - Chrome - dosage de traces à la diphenylcarbazine	136
III - Cuivre - dosage de traces à la cuproïne	138
IV - Molybdène - _____ au dithiol	140
V - Plomb - _____ à la dithizone	142
VI - Zinc - _____	147
VII - Alumine par "Décomplexion"	149
VIII - Alumine en présence de quantités importantes de Phosphore	151
IX - Alumine en présence de grandes quantités de fer	152
X - Dosage de fortes teneurs de phosphore	153
XI - Dosage de teneurs importantes de Titane	154
XII - Attaque de certains échantillons fortement alumineux	156
XIII - Détermination du quartz en présence de Silicates	157

6e Partie - Solutions titrées	160
- Intercontrôle des Solutions titrées	162
I - Complexon III	163
II - Chlorure de Calcium	165
III - Chlorure de Zinc	168
IV - Dichromate de Potassium	170
V - Permanganate de Potassium	172
VI - Hyposulfite de Sodium	174
VII - Nitrate d'argent	176
VIII - Sulfocyanure d'ammonium	178
IX - Soude	180
X - Acide sulfurique	181
XI - Acide chlorhydrique	183
XII - Chlorure de Baryum	185
XIII - Sulfate d'ammonium	186
XIV - Fer	187
XV - Titane	189
XVI - Phosphore	191
XVII - Nitrite de Potassium	192
XVIII - Nitrate de Potassium	193
XIX - Aluminium	194
XX - Sodium	196
XXI - Potassium	199

3ème PARTIE

L'ANALYSE DES EAUX

Le laboratoire de Lomé reçoit annuellement 3.000 échantillons d'eaux -

2.000 échantillons environ servent à la détermination des éléments courants : Cl^- , SO_4^{4-} , Na, K, Ca, Mg et à des mesures de pH, Résistivité -

- Quelques dosages sont demandés plus rarement : titre alcalimétrique, oxygène dissous, Fe, SiO_2 , P_2O_5 , NO_2 , NO_3 etc...

- Des éléments traces peuvent être demandés : Cr, Zn, etc... nous appliquons alors les méthodes décrites dans la 5e partie "méthodes spéciales pour traces ou fortes teneurs.

- 1.000 échantillons environ sont destinés à la floculation et la récupération des éléments solides en suspension - les éléments une fois séparés sont regroupés afin de former des échantillons suffisamment importants pour des déterminations semblables à celles qui sont demandées dans les sols : Carbone, Analyse Générale, Granulométrie, etc...

Ainsi qu'il a déjà été dit nous avons tâché de standardiser au maximum nos méthodes afin que les dosages sur les eaux puissent être exécutés de la même façon, avec le même matériel et les mêmes réactifs que les dosages sur les sols -

ANALYSE DES EAUX

I

GENERALITES

- Dès leur arrivée au laboratoire les échantillons d'eaux sont affectés d'un numéro d'entrée et la correspondance entre l'étiquettage des flacons et les indications de la demande d'analyse est vérifiée, ainsi que l'état des bouchons -
- La quantité d'échantillon à fournir est fonction des déterminations demandées.
- Eléments courants : pH, Résistivité, Cl^- , SO_4^{4-} , Ca^{++} , Mg^{++} , Na^+ , $\text{K}^+ \rightarrow 1^1$.
- Détermination de la Turbidité et des éléments courants $\rightarrow 10^1$.
- Détermination de CO_3H^- et $\text{CO}_3^{3-} 1^1$ en plus -
- Détermination de $\text{SiO}_2 10^1$ en plus.
- Les échantillons sont ensuite classés et les fiches de travail établies d'après les éléments demandés -
- Dès que possible, et dans un délai toujours inférieur à 2 semaines on effectue les mesures de pH et Résistivité, les autres déterminations étant faites par la suite - un tableau d'avancement du travail permet de suivre facilement la marche des divers échantillons - Les résultats exprimés en g/m^3 et équivalent/ m^3 sont reportés sur des bulletins d'analyses où figure le bilan.

Le bilan des éléments majeurs en anions et cations doit être équilibré mais le CO_2 n'étant presque jamais dosé les anions présentent toujours un total légèrement inférieur à celui des cations -

Nous utilisons les méthodes suivantes :

Mesures Systématiques

- pH - mesures effectuées avec un pHmètre Philip type PR 9400 comportant 3 bandes de lecture : 0 - 6, 3 - 9, 8 - 14
- Résistivité, déterminée à l'aide d'un conductivimètre Philips. Le constructeur assure une erreur relative inférieure à 1,5 % dans la partie médiane de l'échelle et à 3 % à ses extrémités -
- Débits solides sont déterminés sur un volume d'eau de 5 à 10^1 - après floculation à l'acide chlorhydrique - Sur les matières solides récupérées diverses déterminations sont effectuées :

- Carbone organique
- Azote
- Analyse Générale
- Granulométrie

etc.....

Les méthodes appliquées sont celles décrites dans la 2e partie "Analyse des Sols" -

- Cl^- par méthode de VOLHARD (en l'absence d'un appareillage permettait la potentiométrie)

- SO_4^{4-} ~~Sur~~ Sur les eaux douces (teneurs $< 48 \text{ g/m}^3$ soit $< 1 \text{ eq./m}^3$)
précipitation de SO_4Ba par un excès connu de BaCl_2 et titrage complexométrique de l'excès de BaCl_2 .

Sur les eaux saumâtres (teneurs $> 48 \text{ g/m}^3$ soit $> 1 \text{ eq./m}^3$)
Gravimétrie de SO_4Ba - nous ne possédons pas d'appareil nous permettant la turbidimétrie de SO_4Ba -

- Ca, Mg par Complexométrie

- Na, K par photométrie de flamme

Nous déterminons aussi plus rarement

- CO_3H^- et CO_3^{3-} soit par volumétrie (titre alcalimétrique) soit par gravimétrie (déplacement de CO_2 et précipitation du sel de Ba) -

- Oxygène dissous par méthode de WINKLER

- SiO_2 par gravimétrie sur l'extrait sec (5 à 10^1 d'eau)

- P^{25} par colorimétrie du bleu de molybdène

- NO^2 par colorimétrie de la tropéoline

- NO^3 par colorimétrie à la diphenylamine sulfonée

- Fe par colorimétrie de l'orthophenantroline ferreuse

- Al par colorimétrie à l'ériochrome-cyanine.

E A U X

STATION :

Date de prélèvement :

Date d'arrivée au Labo. :

DEMANDE D'ANALYSES

O R I G I N E

Nbre
d'Ech^{ons} :EAUX
présuméesDouces
SaumâtresBulletin d'analyses
N° E-6..//...

TOGO

DAHOMÉY

N°

Références

Ech^{on}Ech^{on} Complet

D é t e r m i n a t i o n s

Labo

d'Echantillons

Décan-
ténon
Décan-
té

pH

Turbi-
ditéRésis-
tivitéCl⁻SO⁴⁻⁻

Ca

Mg

Na

K

OBSERVATIONS :

E.F.-

n° E-6../

AVANCEMENT DU TRAVAIL

O R I G I N E

TOGO

DAHOMEY

Eaux

Douces
Saumâtres

Nbre
d'Ech^{ons} :

Ech^{ons} reçus le :

1°	Références
2°	des
3°	Echantillons

Ho

Turbidité

Résistivité

 Cl^- SO_4^{4-}

Ca.

Mg

Na

K

R C T R C T R C T R C T R C T R C T R C T R C T R C T R C T R C T

II

 Cl^-

(Méthode de VOLHARD)

Principe

- l'ion Cl^- précipite AgCl par action sur une quantité connue de NO_3^-Ag titré, en milieu acide nitrique.
- l'excès de NO_3^-Ag est titré par du sulfocyanure, en présence de nitrate ferrique qui sert d'indicateur de fin de réaction (coloration rouge brique du sulfocyanure ferrique) -
- pour éviter une action du sulfocyanure sur AgCl précipité (formation de AgSCN) on isole le chlorure d'argent formé en ajoutant une petite quantité de nitrobenzène qui enrobe le précipité et le sépare de la phase aqueuse.

Précision

Les solutions utilisées (NO_3^-Ag et SCN^-Am) sont N/20 -

- avec des eaux les plus pures on opère sur une prise d'essai de 100 cc - une goutte de réactif (0,05 cc) correspond à 0,89 g/m³ de Cl^- .
- pour les eaux les plus saumâtres, en opérant sur une prise d'essai de 10 cc, une goutte de réactif correspond à 8,9 g/m³ de Cl^- .

Fidélité

Pour 10 essais effectués sur une même eau, et pour une teneur moyenne de 63,19 g/m³, les résultats obtenus sont dispersés entre 60,35 g/m³ et 63,90 g/m³ ce qui donne un écart-type de 2,59 g/m³ soit, en valeur relative 4,1 %.

Rendement

Un agent bien entraîné peut effectuer normalement 50 dosages par jour -

Produits et matériel nécessaires pour 1000 dosages effectués à cette cadence -

<u>Produits</u> :	NO_3^-Ag N/20	30 ¹ .
	SCN^-Am N/20	25 ¹ .
	Acide nitrique 6N (1/2)	12 ¹ .
	Nitrobenzène	3 ^{1.5}
	Sol ^{on} nitrate de fer	300 cc

Matériel

Erlenmeyers de 350 cc	100
Pipettes de 10 cc	1
20 cc	1
25 cc	1
50 cc	1
100 cc	1
Doseur Héron de 2 x 10 cc	1
de 2 x 3 cc	1
Burette de 25 cc graduée en 0,05 cc à 0 automatique ...	1 (pour SCN^-K)
Burette de 50 cc graduée en 0,05 cc à 0 automatique ...	1 (pour NO_3^-Ag)
Agitateur électro-magnétique	1
Barreaux aimantés	10

PREPARATION DES SOLUTIONS

ANALYSE DES EAUX

Cl par Méthode VOLHARD

Acide Nitrique 6N

250 cc d'acide nitrique concentré + 250 cc d'eau.
Bien agiter, conserver en flacon de verre jaune.

Nitrate de Fer

Attaquer un morceau de fer pur (pointe) par NO^3H
concentré à froid (20 cc) diluer avec 200 cc d'eau -
Filtrer.

Nitrobenzène

Employé tel qu'il est livré.

NO^3Ag N/10

SCnK N/10

} Voir à préparation des solutions titrées.

--+--+--+--+--

METHODE D'ANALYSE	ANALYSE DES EAUX
	Cl par Méthode VOLHARD

- Prélever, à l'aide d'une pipette, une prise d'essai de 25 ou 50 cc pour les eaux saumâtres, de 100 cc pour les eaux douces et les placer dans un erlen de 250.
- Ajouter 5 cc d'acide nitrique 6N
 - 20 cc NO^3Ag N/10 très exactement avec une pipette
 - 3 cc de Nitrobenzène
 - 5 gouttes de Nitrate de Fer

Bien agiter 2 minutes.

- Titrer avec solution de SCnK N/10 jusqu'à apparition d'une teinte rouge persistante.
- Noter sur la feuille d'analyse :
 - Prise d'essai en Cm^3
 - Volume de NO^3Ag ajouté en Cm^3
 - Volume de SCnK versé en Cm^3

N.B..- Si, dès le 1^{er} Cm^3 de SCnK on avait une coloration rouge persistante recommencer le dosage en prenant 40 cc de NO^3Ag au lieu de 20.

Blanc - Prendre un volume d'eau distillée égal à la prise d'essai
du dosage -

Ajouter : 5 cc d'acide nitrique 6N
3 cc de nitrobenzène
5 gouttes de nitrate de fer

et titrer avec SCnK jusqu'à apparition d'une teinte rouge persistante.

CALCUL DE L'ANALYSE	ANALYSE DES EAUX
	Cl par Méthode VOLHARD

A - Avec NO_3Ag et SCnK N/10

1 - Calculer = n^{cc} SCnK Versé - blanc = (a)

2 - Faire la différence

n^{cc} NO_3Ag ajouté

n^{cc} (a)

3 - $\frac{\text{Cette différence} \times 3,55 \times 1000}{\text{Prise d'essai}} = \text{g/m}^3 \text{ de Cl}$

4 - $\frac{\text{g/m}^3 \text{ de Cl}}{35,5} = \text{éq./m}^3$

B - NO_3Ag et SCnK N/20

1 - Mêmes calculs qu'en A

3 - $\frac{\text{Cette différence} \times 1,775 \times 1000}{\text{Prise d'essai}} = \text{g/m}^3 \text{ Cl}$

4 - Même calcul qu'en A

E.M.-70/

CALCUL DES ANALYSES

E A U X

Prise d'essai = 100 cm³

NO³Ag N/20 = 10 cm³

Son⁻ N/20 Versé = Cm³

Cl⁻

Méthode VOLHARD

1/100 Cl ⁻	Cm ³									
	1		2		3		4		5	
	g/m ³	eq/m ³	g/m ³	eq/m ³	g/m ³	eq/m ³	g/m ³	eq/m ³	g/m ³	eq/m ³
, 00	159,8	4,50	142,0	4,00	124,3	3,50	106,5	3,00	88,0	2,50
05	158,9	4,48	141,1	3,98	123,4	3,48	105,6	2,98	87,1	2,48
10	158,0	4,45	140,2	3,95	122,5	3,45	104,7	2,95	86,2	2,45
15	157,1	4,43	139,3	3,93	121,6	3,43	103,8	2,93	85,3	2,43
20	156,2	4,40	138,5	3,90	120,7	3,40	103,0	2,90	84,4	2,40
25	155,3	4,38	137,6	3,88	119,8	3,38	102,1	2,88	83,5	2,38
30	154,4	4,35	136,7	3,85	118,9	3,35	101,2	2,85	82,6	2,35
35	153,5	4,33	135,8	3,83	118,0	3,33	100,3	2,83	81,7	2,33
40	152,7	4,30	134,9	3,80	117,2	3,30	99,4	2,80	80,8	2,30
45	151,8	4,28	134,0	3,78	116,3	3,28	98,5	2,78	79,9	2,28
50	150,9	4,25	133,1	3,75	115,4	3,25	97,6	2,75	79,0	2,25
55	150,0	4,23	132,2	3,73	114,5	3,23	96,7	2,73	78,1	2,23
60	149,1	4,20	131,4	3,70	113,6	3,20	95,9	2,70	77,2	2,20
65	148,2	4,18	130,5	3,68	112,7	3,18	95,0	2,68	76,3	2,18
70	147,3	4,15	129,6	3,65	111,8	3,15	94,1	2,65	75,4	2,15
75	146,4	4,13	128,7	3,63	110,9	3,13	93,2	2,63	74,5	2,13
80	145,6	4,10	127,8	3,60	110,1	3,10	92,3	2,60	73,6	2,10
85	144,7	4,08	126,9	3,58	109,2	3,08	91,4	2,58	72,7	2,08
90	143,8	4,05	126,0	3,55	108,3	3,05	90,5	2,55	71,8	2,05
95	142,9	4,03	125,1	3,53	107,4	3,03	89,6	2,53	70,9	2,03

... (suite) ...

Prise d'essai = 100 cm³ - 2
 NO³Ag N/20 = 10 cm³
 SCN⁻ N/20 Versé = cm³

E.M.-70/ Cl⁻ Méthode VOLHARD

1/100 cm ³	cm ³									
	6		7		8		9			
	g/m ³	eq/m ³	g/m ³	eq/m ³	g/m ³	eq/m ³	g/m ³	eq/m ³		
, 00	71,0	2,00	53,3	1,50	35,5	1,00	17,8	0,50		
05	70,1	1,98	52,4	1,48	34,6	0,98	16,9	0,48		
10	69,2	1,95	51,5	1,45	33,7	0,95	16,0	0,45		
15	68,3	1,93	50,6	1,43	32,8	0,93	15,1	0,43		
20	67,5	1,90	49,7	1,40	32,0	0,90	14,2	0,40		
25	66,6	1,88	48,8	1,38	31,1	0,88	13,3	0,38		
30	65,7	1,85	47,9	1,35	30,2	0,85	12,4	0,35		
35	64,8	1,83	47,0	1,33	29,3	0,83	11,5	0,33		
40	63,9	1,80	46,2	1,30	28,4	0,80	10,7	0,30		
45	63,0	1,78	45,3	1,28	27,5	0,78	9,8	0,28		
50	62,1	1,75	44,4	1,25	26,6	0,75	8,9	0,25		
55	61,2	1,73	43,5	1,23	25,7	0,73	8,0	0,23		
60	60,4	1,70	42,6	1,20	24,9	0,70	7,1	0,20		
65	59,5	1,68	41,7	1,18	24,0	0,68	6,2	0,18		
70	58,6	1,65	40,8	1,15	23,1	0,65	5,3	0,15		
75	57,7	1,63	39,9	1,13	22,2	0,63	4,4	0,13		
80	56,8	1,60	39,1	1,10	21,3	0,60	3,6	0,10		
85	55,9	1,58	38,2	1,08	20,4	0,58	2,7	0,08		
90	55,0	1,55	37,3	1,05	19,5	0,55	1,8	0,05		
95	54,1	1,53	36,4	1,03	18,6	0,53	0,9	0,03		

[illegible]

III

A - Gravimétrie (pour teneurs $> 1 \text{ éq./m}^3$)Principe

Précipitation de l'ion SO_4^{4-} par BaCl_2 - Filtration, calcination et pesée du SO_4Ba obtenu.

Précision

En opérant sur une prise d'essai de 100 cc un écart de ($\pm 4 \text{ mg}$) sur le poids du précipité (écart que l'on peut considérer comme maximum dans les conditions générales de l'analyse) se traduit par une différence de $\pm 1,65 \text{ g/m}^3$ de SO_4^{4-} .

Cette méthode est appliquée pour les teneurs supérieures à 48 g/m^3 soit 1 équivalent gramme/ m^3 - Pour les teneurs inférieures la solubilité de SO_4Ba et les causes d'erreurs dues aux manipulations d'un précipité peu important rendent cette méthode inutilisable -

Rendement - Un manipulateur bien entraîné peut effectuer 25 dosages par jour.

Produits et matériel nécessaires pour 1000 dosages à cette cadence -Produits :

- 35^l. Acide chlorhydrique
- 1 Kg Chlorure de Baryum
- 1100 - Filtres sans cendres "bande bleue" de ϕ 125 mm

Matériel :

- 55 Bechers de 250
- 28 Bechers de 400
- 28 Entonnoirs de ϕ 70 mm
- 1 Pipette de 10 cc
- 1 Pissette verre
- 55 Nacelles à calcination
- 30 Verres de montre ϕ 80 mm

<u>METHODE D'ANALYSE</u>	<u>ANALYSE DES EAUX</u>
	SO ⁴⁻⁻ par Gravimétrie

- Prélever, avec un ballon jaugé, 100 cc d'eau dans un becher de 250 cc.
- Y ajouter 20 cc d'acide chlorhydrique concentré.
- Porter à ébullition.
- Faire tiédir une solution de BaCl² à 10 cc.
- Quand la prise d'essai est à ébullition franche, ajouter goutte à goutte, avec une pipette, 10 cc de BaCl², de façon à ne pas arrêter l'ébullition.
- Laisser encore bouillir 5 minutes
- Laisser ensuite bien refroidir
- Pendant ce temps tarer et numérotter des nacelles en porcelaine ou en quartz.
- Filtrer la solution sur papier à bande bleue.
- Laver becher et papier, 5 fois avec HCl 10% à froid.
- Placer chaque filtre dans une nacelle tarée.
- Sécher 1h. à l'étuve.
- Calciner 1/2 h. à 800 - 900°
- Laisser refroidir dans un dessiccateur
- Peser la nacelle avec le précipité
- Noter sur la feuille d'analyse
- Prise d'essai
- N° et tare de la nacelle vide
- N° - " " - avec précipité.

--*--*--*--*--

<u>CALCUL DES ANALYSES</u>	<u>ANALYSE DES EAUX</u>
	SO ⁴⁻⁻ par Gravimétrie

- 1 - Faire la différence entre le poids de la nacelle vide et celui de la nacelle + précipité.
- 2 - Déduire de ce poids le poids de précipité du "blanc" -
- 3 -
$$\frac{\text{Poids de précipité net en mg} \times 0,412 \times 1000}{\text{Prise d'essai en cc.}} = \text{SO}^{4--} \text{ g/m}^3$$
- 4 -
$$\text{méq/m}^3 = \frac{\text{Poids de SO}^{4--} \text{ g/m}^3}{0,48}$$

---*---*---*---*---*---

SO⁴⁻⁻ par Gravimétrie

Nbre
d'Ech-^{ons} :

Terminé le :

Douces

Saumâtres

TOGO

DAHOMEY

N°	Prise	D a t e s			P e s é e s			S O ⁴			
Labo	d'essai	Précipita-	Filtration	Calcination	N° nacelle	nacelle	nacelle	Poids	mg		
E-6..	Cm ³	tion				vide	+	de			
						g	Préci-	SO ⁴ Ba	dans	g/m ³	éq/m ³
							pité	mg	P.E.		
							g				

Transcris le :

Relevé d'activité :

OBSERVATIONS :

T

ANALYSE DES EAUX

III

B - Complexométrie (teneurs $< 1 \text{ éq./m}^3$)Principe

L'ion SO_4^{4-} précipite $\text{SO}_4^{4-}\text{Ba}$ par action sur une quantité connue de BaCl_2 titré, en milieu HCl 0,1N -

L'excès de Ba^{++} est titré par complexométrie en milieu HCl , en présence de Cl_2Zn comme indicateur de fin de réaction (coloration rouge vif du complexonate de Zinc) -

Divers éléments étant complexés en même temps que Ba^{++} (Fe, Al, Ti etc...) on détermine la "Valeur Complexon" de l'échantillon dans les mêmes conditions d'acidité et en l'absence de Ba^{++} -

De ces chiffres on déduit la quantité de Ba^{++} précipitée sous forme de $\text{SO}_4^{4-}\text{Ba}$ -

Précision

En opérant sur 100 cc d'eau avec des solutions de BaCl_2 et Complexon N/50 1 goutte de Complexon (0,05 cc) équivaut à 0,48 g/m³ de SO_4^{4-} .

Rendement

Un manipulateur bien entraîné peut faire 20 à 25 dosages par jour -

Produits et matériel nécessaires pour effectuer 1000 dosages à cette cadence -Produits :

Acide chlorhydrique concentré	2 ^l .
Chlorure de Baryum	50 ₁ g
Ammoniaque concentrée	18 ^l .
Complexonate de Magnésium	120 g
Noir ériochrome	60 ₁ mg
Complexon N/50	20 ^l .contenant 90 g EDTA

Matériel :

- 50 Erlen de 250 cc
- 1 Pipette de 10 cc
- 1 Burette graduée en 0,05 cc pour le complexon

SO⁴ - -
par Complexométrie

Acide chlorhydrique ~N

Placer 83,5 cc d'acide chlorhydrique concentré dans un ballon jaugé de 1^l. et compléter jusqu'au trait de jauge avec de l'eau distillée -

Chlorure de Baryum N/50 - Voir à "Solutions titrées" -

Tampon ammoniacal

720 cc ammoniaque concentrée
5 g de complexonate de Magnésium
Compléter à 1^l. avec eau distillé

Solution de noir ériochrome

5 mg de noir ériochrome placés dans un flacon avec 100 cc d'eau -
Bien agiter - Attendre 24^h. on agitant de temps à autre.-

--*--*--*--*--*--*--

1 - Dosage/

- Prélever 100 cc d'eau à analyser et les placer dans un erlen de 250 cc
- Ajouter 10 cc $\text{HCl} \sim \text{N}$
- Faire bouillir
- Ajouter alors, en mesurant très exactement avec une pipette, 10 cc de Chlorure de Baryum N/50 -
- Maintenir l'ébullition durant 15 minutes
- Refroidir à 60° environ
- Ajouter 10 cc de "tampon ammoniacal" et 10 gouttes de solution de noir ériochrome
- Titrer par Complexon N/50 jusqu'au virage du rose au bleu -
- Noter le résultat dans la colonne "Complexon" du dosage

2 - Valeur Complexon de l'échantillon

- Prélever la même quantité d'eau à analyser que pour le dosage -
- Ajouter 10 cc d' $\text{HCl} \sim \text{N}$
- Faire bouillir
- Maintenir 15 minutes à ébullition
- Refroidir à 60° environ
- Ajouter 10 cc de "tampon ammoniacal" et 10 gouttes de solution de noir ériochrome -
- Titrer par complexon N/50 jusqu'à virage du rose au bleu
- Noter le résultat dans la colonne "Complexon" de la valeur Complexon -

3 - Blanc

- Préparer deux erlens contenant chacun 100 cc d'eau distillée (La même quantité que la P.E. de l'échantillon) -
- Ajouter 10 cc d' $\text{HCl} \sim \text{N}$
- Faire bouillir
- Ajouter alors, en mesurant très exactement avec une pipette, 10 cc de Chlorure de Baryum N/50 -
- Maintenir l'ébullition durant 15 minutes
- Refroidir à 60° environ
- Ajouter 10 cc de "tampon ammoniacal" et 10 gouttes de solution de noir ériochrome -
- Titrer par Complexon N/50 jusqu'au virage du rose au bleu -
- Noter les résultats des 2 essais dans la colonne "blanc"
- Si les volumes de Complexon des deux essais présentent un écart supérieur à 0,1 cc recommencer les essais.-

==+==+==+==+==+==

CALCUL DES ANALYSES	E A U X
	SO ⁴ - - par Complexométrie

- Calculs établis pour utilisation de BaCl² N/50 et Complexon N/50
- Les P.E pour le "dosage" et la "Valeur Complexon" doivent être les mêmes
- Le volume de BaCl² pour les blancs et les échantillons doit être le même
- Si ces 3 conditions n'étaient pas réalisées demander des instructions au chef de laboratoire -

C A L C U L S

$$\underline{1e/-} \quad b - c = e$$

$$\underline{2e/-} \quad d - e = \text{Complexon équivalent à SO}_4^{4-}$$

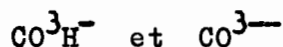
$$\underline{3e/-} \quad \text{cc Complexon équivalent à SO}_4^{4-} \times 0,96 = \text{SO}_4^{4-} \text{ mg dans P.E.}$$

$$\underline{4e/-} \quad \frac{\text{SO}_4^{4-} \text{ mg dans P.E} \times 1000}{\text{P.E. en cc}} = \text{SO}_4^{4-} \text{ g/m}^3$$

$$\underline{5e/-} \quad \frac{\text{SO}_4^{4-} \text{ g/m}^3}{48} = \text{SO}_4^{4-} \text{ eq/m}^3$$

---*---*---*---*---*---*---*---*---

IV

A - par GravimétriePrincipe

Le CO_2 est déplacé par ébullition en milieu acide chlorhydrique, il est entraîné par un courant d'air décarbonaté dans une solution de Chlorure de Baryum ammoniacal ou il précipite sous forme d'un mélange de Carbonate et Carbonate de Ba - par "murissement" à douce température le carbonate se transforme en Carbonate et décante - CO_3Ba est filtré, redissous par HCl et précipité sous forme de SO_4Ba qui est filtré, calciné et pesé - on détermine ainsi CO_2 total. Sur un 2e essai opérer le déplacement sans adjonction d'acide chlorhydrique - seul $1/2 \text{ CO}_2$ des Bicarbonates est recueilli -

Le résultat $\times 2 \rightarrow \text{CO}_2$ Bicarbonates et par différence avec CO_2 total $\rightarrow \text{CO}_2$ Carbonates.

Précision - $\text{CO}_3\text{H}^- \pm 5 \text{ g/m}^3$

CO_3^{--} total $\pm 2,5 \text{ g/m}^3$

Rendement

Le montage de l'appareil demande une journée de travail - on peut ensuite effectuer 5 déterminations de CO_3H^- ou de CO_3^{--} total par jour.

Produits et matériel nécessaires pour 1000 dosages (CO_3H^- ou CO_3^{--}) à cette cadence -

Produits :

- 55 Kg Soude en paillettes
- 6 Kg Chlorure de Baryum RP
- 1^{1.5} d'Ammoniaque concentrée
- 2200 - Papiers filtres "bande bleue" ϕ 110 mm
- 22^{1.} Acide chlorhydrique RP
- 5 Kg Acide sulfurique RP
- 5 Kg Coton hydrophile
- 8 Charges de butane

Matériel :

- 4 Flacons laveurs de 500 cc
- 2 Colonnes à dessécher
- 1 Réfrigérant droit
- 2 Entonnoirs à robinet
- 4 Ballons de 1^{l.} à col large
- 12 Erlen de 250 cc
- 10 Entonnoirs de ϕ 70 mm
- 10 Bechers de 250
- 10 Bechers de 400
- 6 Tubes Rhodorsil ϕ 5 mm
- 10 Nacelles à calcination

CO_3H^- et CO_3^{--}
par Gravimétrie

Lessive de Soude à 40%

- Peser 400 g de Soude en paillettes dans un becher de 2^l.
- Placer le becher dans un bain refroidisseur
- Ajouter lentement, avec précautions, 1^l. d'eau distillée
en agitant constamment -

Attention aux projections il est indispensable de mettre des lunettes de protection pendant cette opération -

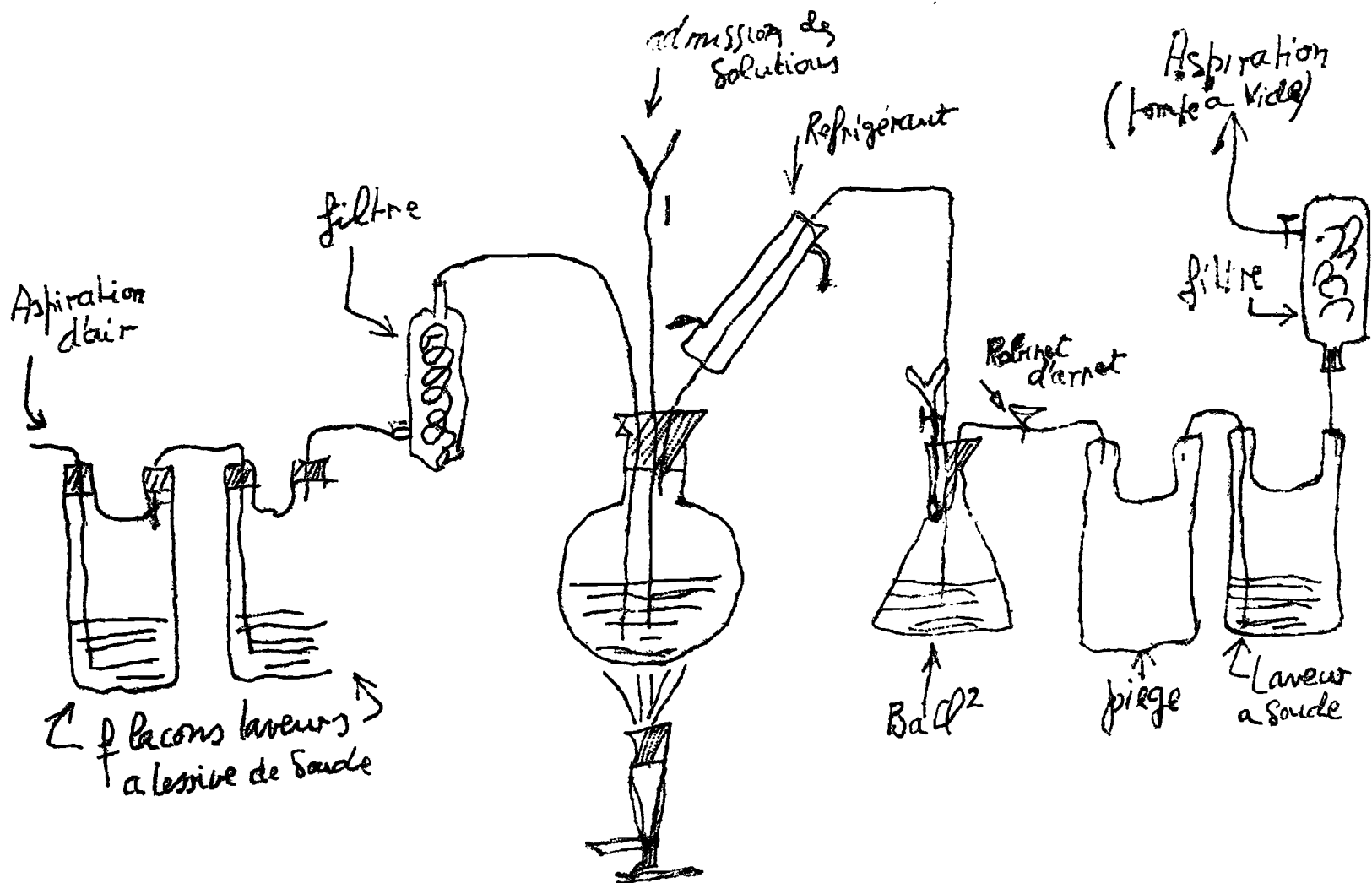
- Laisser refroidir, puis mettre en flacon.

Chlorure de Baryum ammoniacal

Faire une solution de 100 g/l de Chlorure de Baryum - dans 1^l. d'eau distillée bouillie ajouter 20 cc d'ammoniaque - Laisser reposer 24h. en flacon bouché puis filtrer si nécessaire -

Attention toujours reboucher le flacon aussitôt après s'y être servi.

Eau distillée bouillie - avoir une réserve constante de 2 à 3^l. d'eau distillée bouillie (10 min. d'ébullition) que l'on conserve en flacons bouchés.-



II - DEPLACEMENT D' CO_3H^-

- Garnir les trois flacons laveurs avec 200 cc de lessive de Soude à 40%
- Garnir les 2 ampoules filtrantes d'un tampon de coton
- S'assurer que le flacon piège est bien vide
- Purger l'appareil en faisant passer de l'air pendant 5 minutes
- Fermer le robinet d'arrêt et introduire 50 cc de chlorure de Baryum ammoniacal dans l'erlen.
- Passer encore de l'air pendant 2 ou 3 minutes puis introduire, sans arrêter l'aspiration, par l'entonnoir à robinet, 250 cc d'eau - rincer l'entonnoir avec 10 cc d'eau bouillie.
- Chauffer à début d'ébullition et y maintenir durant 10 minutes.
- Fermer le robinet d'arrêt, ouvrir le robinet de l'entonnoir d'admission et retirer l'erlen contenant le chlorure de Baryum et le boucher aussitôt -
- Remplacer le ballon d'attaque par un ballon propre, placer un nouvel erlen et l'appareil est à nouveau prêt à fonctionner.

III - DOSAGE DU CO_3H^-

- Placer l'erlen contenant le chlorure de Baryum, toujours bouché, sur bain sable tiède (50° environ) et le laisser 2h. à cette température -
- Laisser ensuite reposer à froid pendant une nuit.
- Filtrer sur papier à bande bleue.
- Laver 5 fois avec de l'eau distillée bouillie (conservée en ballon bouché)
- Placer sous l'entonnoir un becher de 250 cc et laver 5 fois avec une solution d'acide chlorhydrique à 10% -
- Porter la solution filtrée à ébullition
- Ajouter goutte à goutte, sans arrêter l'ébullition, 2 cc d'acide sulfurique au 1/2 -
- Laisser bouillir 2 minutes -
- Quand la solution est bien froide filtrer sur papier à bande bleue, laver 2 fois avec de l'eau froide - Calciner le filtre dans une nacelle tarée - peser ensuite la nacelle avec le précipité.-

IV - DEPLACEMENT DU CO_3 TOTAL

- Garnir les trois flacons laveurs avec 200 cc de lessive de Soude à 40%
- Garnir les 2 ampoules filtrantes d'un tampon de coton
- S'assurer que le flacon piège est bien vide
- Purger l'appareil en faisant passer de l'air pendant 5 minutes
- Fermer le robinet d'arrêt et introduire 50 cc de chlorure de Baryum ammoniacal dans l'erlen.
- Passer encore de l'air pendant 2 ou 3 minutes puis introduire sans arrêter l'aspiration, par l'entonnoir à robinet, 250 cc d'eau - rincer l'entonnoir avec 10 cc d'acide chlorhydrique concentré -
- Chauffer à début d'ébullition et y maintenir durant 10 minutes.
- Fermer le robinet d'arrêt, ouvrir le robinet de l'entonnoir d'admission et retirer l'erlen contenant le chlorure de baryum et le boucher aussitôt -
- Remplacer le ballon d'attaque par un ballon propre, placer un nouvel erlen et l'appareil est à nouveau prêt à fonctionner.
- Chaque jour renouveler la lessive de Soude des 3 flacons laveurs et les tampons de coton.

V - DOSAGE DU CO_3 TOTAL

- Opérer très exactement comme il est expliqué pour le traitement de la solution du CO_3H^- (Paragraphe III) .-

CALCUL DES ANALYSES	E A U X
	CO ³ H ⁻ et CO ³⁻⁻ par Gravimétrie

I) - CO³H⁻

(Poids (nacelle + précipité) - tare nacelle vide = x mg

Si P.E. 250 cc

$$x \text{ mg} \times 2,096 = \text{CO}^3\text{H}^- \text{ g/m}^3$$

Si P.E. est différente de 250 cc

$$x \text{ mg} \times 0,524 \times \frac{1200}{n \text{ cc}} = \text{CO}^3\text{H}^- \text{ g/m}^3$$

$$\text{De toute façon} = \frac{\text{CO}^3\text{H}^- \text{ g/m}^3}{61} = \text{CO}^3\text{H}^- \text{ eq/m}^3$$

II) - CO³⁻⁻ total

Poids (nacelle + précipité) - tare nacelle vide = Y mg

Si P.E. = 250 cc

$$Y \text{ mg} \times 1,028 = \text{CO}^{3--} \text{ total g/m}^3$$

Si P.E. est différente de 250 cc

$$Y \text{ mg} \times 0,257 \times \frac{1000}{n \text{ cc}} = \text{CO}^{3--} \text{ total g/m}^3$$

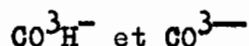
III) - CO³⁻⁻

$$\text{CO}^3 \text{ total g/m}^3 - (\text{CO}^3\text{H}^- \text{ g/m}^3 \times 0,98) = \text{CO}^{3--} \text{ g/m}^3$$

$$\text{et } \frac{\text{CO}^{3--} \text{ g/m}^3}{60} = \text{CO}^{3--} \text{ eq./m}^3$$

ANALYSE DES EAUX

IV



B - Volumétrie (titre alcalimétrique)

Principe

En neutralisant une eau par une solution titrée acide on dose

- les carbonates jusqu'à pH 8,3
(en formant des bicarbonates) - Virage de la phenolphthaléine



- les bicarbonates (auxquels s'ajoutent ceux formés lors du premier titrage) jusqu'à pH 3,1 - (Virage du méthyl orange) $\text{CO}_3^{\text{HNa}} + \text{HCl} \rightarrow \text{CO}_2 + \text{H}_2\text{O} + \text{NaCl}$

Si le pH de l'eau est inférieur à 8, il n'y a pas de carbonates -

Expression des résultats =

Les résultats sont généralement exprimés en g/m³ et équivalents par m³ - (mg/l ou meq/l)

Ils peuvent être également exprimés en Degrés alcalimétriques Français.

$$1 \text{ meq./l} = 9^{\text{e}} \text{ Français} \\ (\text{CO}_3^{\text{---}} \text{ ou } \text{CO}_3^{\text{H}^-})$$

$$\text{soit } 9^{\text{e}} \text{ Français} = 6 \text{ mg/l } \text{CO}_3^{\text{---}} \\ \text{ou} = 12,2 \text{ mg/l } \text{CO}_3^{\text{H}^-}$$

le titre alcalimétrique T.A. exprimant le $\text{CO}_3^{\text{---}}$ et le TAC le total $\text{CO}_3^{\text{---}} + \text{CO}_3^{\text{H}^-}$

Précision

Dans les conditions habituelles :

- Prise d'essai 100 cc
 - Dosage avec acide chlorhydrique N/20
 - Utilisation d'une microburette au 1/50 de cc
- La précision de dosage est de : $\pm 0,6 \text{ g/m}^3$ de $\text{CO}_3^{\text{H}^-}$
 $\pm 0,61 \text{ g/m}^3$ de $\text{CO}_3^{\text{---}}$

Pour être ~~exacte~~ ces titrages doivent être faits sur le lieu même du prélèvement ou du moins le plus proche possible (temps et distance) car l'équilibre de ces anions est particulièrement instable -

Rendement est fonction des conditions matérielles du dosage : installation précaire sur le terrain ou travail au laboratoire -

Dans ce dernier cas un opérateur peut effectuer 50 dosages/jour.

Produits et matériel nécessaires pour 1000 dosages à cette cadence :

Produits :

Méthylorange	2 g
Phenolphthaléine	2 g
Alcool éthylique	2 ^l .
Solution titrée d'acide chlorhydrique N/20	10 ^l .

Matériel :

20 erlens de 500 cc
1 ballon jaugé de 100 cc
5 barreaux d'agitateur magnétique
1 microburette de précision de 5 cc

PREPARATION DES SOLUTIONS	E	A	U	X
	CO_3H^- et CO_3^{--} par Volumétrie (titre alcalimétrique)			

- POUR LA PREPARATION DES SOLUTIONS ET POUR LES LAVAGES OU DILUTIONS OPERES EN COURS D'ANALYSE UTILISER TOUJOURS DE L'EAU PERMUTÉE BOUILLIE.
- Phenolphthaléine
Peser 0,1 g de phenolphthaléine et faire dissoudre dans 100 cc d'alcool éthylique RP
- Méthylorange
Peser 0,1 g de méthylorange et faire dissoudre dans 100 cc d'eau -
- Acide chlorhydrique N/20 Voir à "Solutions titrées"

METHODE D'ANALYSE	E	A	U	X
	CO_3H^- et CO_3^{--} par Volumétrie (titre alcalimétrique)			

I - Si le pH de l'eau est supérieur à 8,3

- Prélever 100 cc d'eau mesurée avec un ballon jaugé
- Transvaser dans un erlen de 500 cc, rincer le ballon avec eau permu-
tée bouillie.
- Ajouter 3 gouttes de Solution alcoolique de phenolphthaléine
- La solution devient rose -(dans le cas contraire il n'y a pas des
carbonates -)
- Titrer jusqu'à décoloration avec l'acide chlorhydrique N/20 -
- Noter le volume d'acide N/20 versé → (a)
- Ajouter 3 gouttes de solution de méthylorange - continuer le titrage
jusqu'à virage du jaune au rouge orangé -
- Noter le volume d'HCl N/20 utilisé → (b)

II - Si le pH de l'eau est inférieur à 8,3

- Prélever 100 cc comme ci-dessus
- Ajouter 3 gouttes de méthylorange
- Titrer avec HCl N/20 jusqu'à virage du jaune au rouge orangé -
- Noter le volume d'acide versé → (c)

C A L C U L S	E A U X
	$\text{CO}_3^{\text{H}^-}$ et $\text{CO}_3^{\text{---}}$ par Volumétrie (titre alcalimétrique)

- CALCULS INDICQUES POUR UTILISATION D'ACIDE CHLORHYDRIQUE N/20 -

Si on demande d'exprimer les résultats en $\text{CO}_3^{\text{H}^-}$ et $\text{CO}_3^{\text{---}}$

I - Si le pH de l'eau est supérieur à 8,3

- $\text{CO}_3^{\text{---}}$

$$\frac{n^{\text{cc}} \text{ (a) } \times 3 \times 1000}{\text{Prise d'essai en cc}} = \text{CO}_3^{\text{---}} \text{ g/m}^3$$

$$\frac{\text{CO}_3^{\text{---}} \text{ g/m}^3}{30} = \text{CO}_3^{\text{---}} \text{ équiv./m}^3$$

- $\text{CO}_3^{\text{H}^-}$

$$n^{\text{cc}} \text{ (b) } - (2 \times n^{\text{cc}} \text{ (a) }) = n^{\text{cc}} \text{ (c) }$$

$$\frac{n^{\text{cc}} \text{ (c) } \times 3,05 \times 1000}{\text{Prise d'essai en cc}} = \text{CO}_3^{\text{H}^-} \text{ g/m}^3$$

$$\frac{\text{CO}_3^{\text{H}^-} \text{ g/m}^3}{61} = \text{CO}_3^{\text{H}^-} \text{ équiv./m}^3$$

II - Si le pH de l'eau est inférieur à 8,3

$$\frac{n^{\text{cc}} \text{ (c) } \times 3,05 \times 1000}{\text{Prise d'essai en cc}} = \text{CO}_3^{\text{H}^-} \text{ g/m}^3$$

$$\frac{\text{CO}_3^{\text{H}^-} \text{ g/m}^3}{61} = \text{CO}_3^{\text{H}^-} \text{ équiv./m}^3$$

Si on demande d'exprimer les résultats en Titre Alcalimétrique

a) pour les eaux dont le pH est supérieur à 8,3

$$\underline{\text{T.A}} \quad \frac{n^{\text{cc}} \text{ (a) } \times 0,05 \times 1000}{\text{P.E. en cc}} = \text{T.A en } \text{eq./m}^3$$

$$\text{ou } \frac{n^{\text{cc}} \text{ (a) } \times 0,25 \times 1000}{\text{P.E. en cc}} = \text{T.A en degrés Français}$$

T A C

$$\frac{n^{\text{cc}} \text{ (b) } \times 0,05 \times 1000}{\text{P.E. en cc}} = \text{T A C en eq./m}^3$$

$$\frac{n^{\text{cc}} \text{ (b) } \times 0,25 \times 1000}{\text{P.E. en cc}} = \text{T A C en degrés Français}$$

b) pour les eaux dont le pH est inférieur à 8,3

$$\text{T.A} = 0$$

$$\text{T A C} =$$

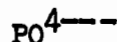
$$\frac{n^{\text{cc}} \text{ (c) } \times 0,05 \times 1000}{\text{P.E. en cc}} = \text{T A C en eq./m}^3$$

$$\frac{n^{\text{cc}} \text{ (c) } \times 0,25 \times 1000}{\text{P. E. en cc}} = \text{T A C en } ^{\circ} \text{ Français}$$

[illegible]

ANALYSE DES EAUX

V



par Colorimétrie du Bleu de Molybdène

Principe

- On forme avec l'ion PO_4^{4-} et le molybdate d'ammonium, en milieu sulfurique, un complexe de phosphomolybdate qui, réduit par le Chlorure stanneux, donne un composé bleu absorbant particulièrement à 830 m μ -
- Malgré l'ajustement du pH où se produit la réaction on peut craindre une réduction de l'excès de molybdate d'ammonium - mais comme la coloration bleue développée dans ce cas absorbe surtout à 630 m μ , une détermination opérée dans la bande de 830 m μ ne peut être gênée par cette interférence -

Notre laboratoire ne possédant pas de spectrophotomètre nous utilisons un colorimètre avec filtre de 650 m μ ce qui nous fait craindre d'avoir des chiffres trop forts -

- Nous évitons l'interférence due à Si^{++++} par l'adjonction d'acide citrique à 1 % -

Précision

± 4 divisions du colorimètre correspondent dans les conditions de l'analyse à $\pm 0,11$ g/m³ de PO_4^{4-}

Rendement - Un opérateur peut effectuer une série de 50 dosages par jour -

Produits et matériel nécessaires pour 1000 dosages effectués à cette cadence :

<u>Produits</u> :	Acide citrique RP	15 g
	Molybdate d'ammonium	35 g
	Acide sulfurique RP pour toxicologie	1 Kg
	Chlorure Stanneux RP	10 g
	Acide chlorhydrique RP	15 cc
	Etain en grenailles	5 g

Matériel : 100 tubes à essai "pour colorimétrie" jaugés à 20 cc
100 bouchons caoutchouc n° 14
2 burettes de 25 cc
2 " de 5 cc
6 supports de tubes à essais (10 tubes chacun)

PREPARATION DES SOLUTIONS	E A U X
	PO_4^{4-} par Colorimétrie du Bleu de Molybdène

- Acide citrique à 1 %

- Dissoudre 10 g d'acide citrique dans de l'eau permutée, froide - faire volume à 1^l. -

- Solution sulfurique de Molybdate d'Ammonium

a) Dissoudre 25 g de Molybdate d'Ammonium dans 200 cc d'eau tiède (60° environ) -

Si nécessaire filtrer → Solution (a)

b) Mesurer 280 cc d'acide sulfurique concentré - les verser, avec précautions et en agitant sans cesse, dans 520 cc d'eau distillée -

Laisser bien refroidir → Solution (b)

Verser lentement et en agitant la solution (a) dans la solution (b)

- Chlorure Stanneux "pour Colorimétrie"

Peser 5 g de Chlorure Stanneux dans un becher de 250 cc

Ajouter 20 cc d'acide chlorhydrique pur -

Couvrir d'un verre de montre - tiédir au bain sable pour dissoudre -

Laisser refroidir - passer dans un ballon jaugé de 200 cc compléter le volume avec de l'eau distillée -

Conserver en flacon de verre jaune - mettre au fond du flacon un petit grain d'étain métallique -

- Solution Etalon de P^{25}O_5 - Voir à "Solutions Titrées"

PO_4^{4-} —
par colorimétrie du bleu
de molybdène

- Prendre 20 cc d'eau dans un tube jaugé pour colorimètre LUMETRON -
- Prendre 9 tubes pour confection de la gamme, marqués, O, A, B; C, D, E, F, G, H
- Remplir burette de 10 cc avec la Solution étalon de P_2O_5 à 5 γ /cc

Placer dans le tube	A	0,5 cc de Solution étalon		
	B	1,0 cc		
	C	1,5 cc		
	D	2,0 cc		
	E	2,5 cc		
	F	3,0 cc		
	G	3,5 cc		
	H	4,0 cc		

Ajouter ensuite de l'eau distillée jusqu'au trait de jauge (20 cc) le tube marqué O ne contient que de l'eau distillée -

- Ajouter dans chaque tube, gamme et échantillons, 1cc d'acide citrique à 1%, puis :
 - 1e - Une goutte de SO_4H_2 au 1/2, bien agiter.
 - 2e - 1 cc de Solution Sulfurique de Molybdate d'ammonium - bien agiter.
 - 3e - 4 gouttes de Chlorure Stanneux "pour colorimétrie"

Bien agiter, attendre 5 minutes et colorimétrer -

Mesure au colorimètre LUMETRON

- Placer le filtre rouge de Longueur d'onde 650
- Mettre le tube O dans le compartiment marqué "Blanc" et étalonner l'appareil sur 100 avec ce tube.
- Faire ensuite les lectures de la gamme et des échantillons.
- Laisser le tube O dans le porte-tube, entre chaque lecture passer le O et, si nécessaire corriger le tarage du 100.

N.B. - Cette gamme est strictement la même que celle qui est utilisée pour le P_2O_5 dans les sols - Les échantillons d'eaux et de sols peuvent être passés avec une même gamme à condition de développer les couleurs au même moment.-

CALCUL DES ANALYSES	E A U X
	PO ⁴ Colorimétrie du bleu de Molybdène

- Disposer d'une feuille de papier millimétré où sont portés
 - sur l'échelle horizontale les quantités de PO⁴ en Y -
 - Sur l'échelle verticale les graduations du colorimètre
- 1 - Porter au crayon chacune des lectures de la gamme (de 0 = 100 à H = 26.8)
- 2 - Avec la règle courbe, tracer au crayon la courbe qui relie ces points
- 3 - Relever les Y de PO⁴ - - - correspondants aux mesures effectuées et les inscrire dans la colonne Y/P.E de la feuille d'analyse
- 4 - $\frac{Y/PE}{PE \text{ en cc}} = g/m^3$
- 5 - $\frac{g/m^3}{31,7} = \text{éq}/m^3$

N.B.- Joindre la courbe à la feuille d'analyse

- pour les lectures inférieures à celle du point H de la courbe (26,8 Y) ne rien inscrire, les analyses doivent être refaites.-

E.M.-30.

--*--*--*--*--*--*--

Série :

Transcris le :

E. F. - 11

ANALYSE DES EAUX

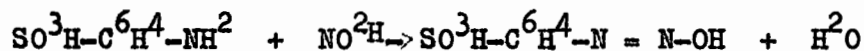
VI

NO²⁻

par Colorimétrie de la Tropéoline

Principe

L'acide sulfanilique, en milieu acide, forme avec l'azote nitreux et le phenol, en présence d'ions ammonium, un composé jaune orangé = La tropéoline =



Cette coloration assez longue à se développer est stable plus de 24 h. -

Précision

Dans les conditions de l'analyse on peut effectuer des mesures entre 1 mg/l. et 40 mg/l. avec une précision de ± 1 mg/l. -

Rendement

Un opérateur peut effectuer 50 dosages par jour -

Produits et matériel nécessaires pour effectuer 1000 dosages à cette cadence -

Produits :

- 800 g Chlorure d'ammonium RP
- 20 g d'Acide sulfanilique
- 25 g de Phenol
- 300 cc d'Acide chlorhydrique pur
- 1200 Papier filtres plissés qualité Durieux-Super ϕ 125 mm

Matériel :

- 50 Entonnoirs ϕ 70 mm
- 120 Tubes à colorimétrie avec bouchons
 - 1 Burette de 5 cc (micro-burette de précision)
 - 1 Burette de 50 cc (modèle courant)
 - 1 Boîte à Lunnere pour lectures à la gamme.

PRÉPARATION DES SOLUTIONS	E A U X
	NO^2 Colorimètre de la Tropéoline

- Réactif Sulfanilique -

- Faire dissoudre 40 g de Chlorure d'Ammonium dans 80 cc d'eau -
Compléter ensuite le volume à 100 cc -
- Faire dissoudre 1 g d'acide sulfanilique dans cette solution saturée de Chlorure d'Ammonium en chauffant légèrement si nécessaire.
- Après refroidissement, ajouter 1^g,5 de phénol pur -
Faire dissoudre -
- Ajouter ensuite 100 cc d'HCl 2 N (17 cc d'acide chlorhydrique concentré dilués à 100 cc avec eau distillée) - bien agiter -
- Conserver en flacon de verre jaune.

- Solutions Etalon de NO^2 (Voir à Solutions titrées).

METHODE D'ANALYSES	E A U X
	NO^2 — par Colorimétrie de la Tropéoline

- Etablir une gamme en plaçant dans 10 tubes pour colorimétrie =

0	-	10 cc eau distillée			
1	γ/cc	-	0,1 cc de Sol ^{on}	à 100 γ/cc de NO^2	+ 9,9cc eau distillée
5	γ/cc	-	0,5	"	+ 9,5 " "
10	γ/cc	-	1,0		+ 9,0 " "
15	γ/cc	-	1,5		+ 8,5 " "
20	γ/cc	-	2,0		+ 8,0 " "
25	γ/cc	-	2,5		+ 7,5 " "
30	γ/cc	-	3,0		+ 7,0 " "
35	γ/cc	-	3,5		+ 6,5 " "
40	γ/cc	-	4,0		+ 6,0 " "

- Prélever dans des tubes pour colorimétrie 10 cc d'eau à examiner
- Ajouter dans chaque tube, échantillon et gamme, avec une burette, 2,5 de réactif sulfanilique (pour recherche de NO^2)
- Agiter vivement les tubes
- Attendre 24^h.
- En présence des nitrites une coloration jaune se développe -
- Agiter à nouveau les tubes (24^h après)
- Attendre 5 minutes
- Comparer les tubes d'échantillons à la gamme -

VIINO³⁻Colorimétrie à la diphenylamine sulfonéePrincipe

La diphenylamine sulfonée est oxydée en Violet par les ions NO³⁻.
Cette réaction n'est utilisable qu'en l'absence de certains autres oxydants qui donneraient la même coloration - Mais dans les eaux elle est généralement utilisable.

Précision

On peut doser de 1 à 4% de NO³⁻ dans 10 cc d'eau $\pm$ 0,1%

Rendement

Un manipulateur peut effectuer 50 dosages par jour -

Produits et matériel nécessaires pour 1000 dosages à cette cadence :Produits :

- 70 g Chlorure de Potassium RP
- 13 Kg Acide sulfurique RP pour Toxicologie
- 1 g Diphenylamine sulfonate de Sodium

Matériel :

- 120 Tubes pour colorimétrie avec bouchons polyéthylène
- 1 Burette de 25 cc
- 1 " de 100 cc
- 6 Portoirs de 10 tubes
- 1 Bain refroidisseur

METHODE D'ANALYSE	E A U X
	NO_3^- - Colorimétrie à la diphenylamine Sulfonée

- Prélever 5 cc d'eau dans un tube à essai pour colorimètre -
- Préparer une gamme composée de 11 tubes

0	-	5 cc eau distillée	
0,2 %/cc	-	4,5 cc eau distillée + 0,5 cc Sol ^{on} à 2	/cc NO_3
0,4 %/cc	-	4,0 cc " " + 1,0 cc " "	" "
0,6 %/cc	-	3,5 cc	+ 1,5 cc
0,8 %/cc	-	3,0 cc	+ 2,0 cc
1,0 %/cc	-	2,5 cc	+ 2,5 cc
1,2 %/cc	-	2,0 cc	+ 3,0 cc
1,4 %/cc	-	1,5 cc	+ 3,5 cc
1,6 %/cc	-	1,0 cc	+ 4,0 cc
1,8 %/cc	-	0,5 cc	+ 4,5 cc
2,0 %/cc	-	0,0 cc	+ 5,0 cc

- Ajouter dans chaque tube d'échantillon et dans chaque tube de la gamme 1 cc de Solution de Chlorure de Potassium à 50 g/l puis 5 cc d'acide sulfurique concentré - (ajouter avec précautions en agitant fréquemment) -
- Laisser refroidir
- Boucher et bien agiter
- Ajouter 2 gouttes de diphenylamine sulfonate de baryum -
- Boucher, bien agiter.
- Attendre 5 minutes et effectuer la colorimétrie en utilisant le filtre 420 m μ et en réglant le 100% de transmission avec le tube n° 0 de la gamme -

==*==*==*==*==*

VIII

 SiO_2 par GravimétriePrincipe

Evaporer un volume d'eau suffisant pour obtenir un résidu de 100 à 200 mg (1 à 20¹.)

Insolubilisation chlorhydrique de la silice qui est filtrée, calcinée et volatilisée sous forme d'acide fluosilicique SiF_6H_2 , en présence d'acide sulfurique destiné à fixer Al et les divers cations éventuellement retenus lors de la filtration de SiO_2 -

Précision

Dans des conditions habituelles de travail
± 2 mg de SiO_2 dans la prise d'essai -

Rendement est fonction de la salinité de l'eau qui nécessite l'évaporation de quantités plus ou moins grandes d'échantillon (1 à 20¹.) cette évaporation peut prendre de 1 jour à 2 semaines -

On peut facilement évaporer simultanément 5 échantillons d'eaux avec une surveillance d'une heure par jour -

Le traitement des 5 résidus obtenus nécessite ensuite le travail d'un aide-chimiste pendant 2 jours -

Produits et matériel nécessaires pour 1000 dosages à cette cadence

Produits : 60¹. Acide chlorhydrique RP
5¹. Acide fluorhydrique RP
0,5¹ Acide sulfurique RP

Matériel :

5 Ballons jaugés 1¹.
5 Ballons Pyrex 1¹.
10 Bechers de 100 cc
10 Capsules porcelaine ϕ 100 mm
5 Creusets de platine h = 30 mm

METHODE D'ANALYSE	E A U X
	SiO ² par Gravimétrie

- Tarer un becher de 100 cc -
- Evaporer 1^l. d'eau en rajoutant de l'eau par petites portions et en chauffant en dessous du point d'ébullition -
- Lorsque les derniers cc d'eau sont presque entièrement évaporés placer le becher dans une étuve réglée à 105° pour terminer l'évaporation.
- Peser le becher après refroidissement
- Il faut obtenir un résidu d'évaporation de 100 à 200 mg - d'après le résidu du premier litre on fixe le nombre de litres à évaporer pour obtenir un poids de résidu convenable.
- Evaporer de la même façon le volume d'eau ainsi déterminé en veillant à ce que le becher n'aille jamais à sec et en terminant la dessiccation à l'étuve.
- Noter le poids d'extrait sec à 105°
- Reprendre l'extrait par 10 cc d'acide chlorhydrique au 1/2 et passer dans une capsule de porcelaine
- Laver avec de l'acide chlorhydrique à 10%
- Bien gratter les parois du becher avec un agitateur garni d'un bout de caoutchouc de façon à détacher le résidu accroché aux parois -
- En fin d'opération - essuyer très soigneusement les parois intérieurs du becher avec un morceau de papier filtre sans cendres - mettre ce bout de papier dans la capsule avec la solution de reprise -
- Chauffer la capsule au bain marie - aller à sec et chauffer ensuite jusqu'à ne plus percevoir l'odeur de l'acide chlorhydrique -
- Reprendre par 10 cc d'acide chlorhydrique pur et aller à sec une nouvelle fois jusqu'à disparition de l'odeur d'acide chlorhydrique -
- Préparer un entonnoir garni d'un filtre bleu plissé -
- Reprendre le résidu d'évaporation par 10 cc d'acide chlorhydrique au 1/2 - chauffer quelques minutes puis étendre de 50 cc d'eau distillée - chauffer jusqu'à redissolution des sels et filtrer aussitôt -
- Laver abondamment avec de l'acide chlorhydrique à 5% chaud -
- Placer le filtre dans un creuset de platine taré -
- Le sécher à l'étuve, puis calciner 1/2 h. à 1000° -
- Laisser refroidir et peser
- Mouiller le contenu du creuset avec 4 gouttes d'acide sulfurique au 1/2 (et quelques gouttes d'eau si nécessaire) - ajouter 2 cc environ d'acide fluorhydrique - et chauffer doucement sur bain sable jusqu'à évaporation complète - En fin d'opération chauffer plus fort sur bain sable d'abord, puis sur plaque chauffante pour chasser l'excès d'acide sulfurique -
- Calciner ensuite sur bec de gaz à 1000° durant 15 à 20 minutes pour bien décomposer les sulfates éventuels -
- Laisser refroidir et peser le creuset.-

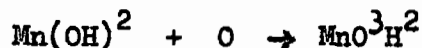
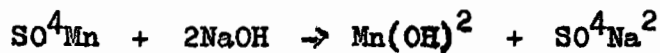
ANALYSE DES EAUX

IX

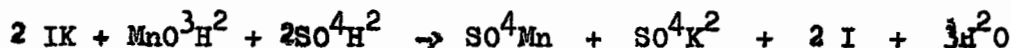
Oxygène dissous (Méthode de Winkler)

Principe

Absorber l'oxygène dissous dans l'eau par l'hydrate manganoux =



Acidifier en présence d'iodure de potassium, l'iode déplacée correspond à l'oxygène ayant oxydé l'hydrate manganoux =



Doser cet iode par l'hyposulfite de Sodium =



Comme Fe^{+++} libérerait de l'iode dans les mêmes conditions on le complexe avec une solution de Fluorure de Potassium agitée avant d'acidifier -

Précision $\pm 0,15 \text{ cm}^3/\text{litre}$ ou $\pm 0,06 \text{ g/l}$

Rendement - Un opérateur peut effectuer 20 mesures par jour.

Produits et matériel nécessaires pour 1000 dosages à cette cadence -

Produits :

Sulfate de manganèse RP	660 g
Soude caustique RP en pastilles	440 g
Iodure de Potassium RP	165 g
Acide sulfurique RP	5 Kg
Fluorure de Potassium RP	440 g
Hyposulfite de Sodium Solution titrée N/10 =	6 ^l .

Matériel :

3 Flacons bouchés éméri de 250 cc
3 Pipettes de 1 cc à <u>un trait</u>
1 " de 5 cc à <u>un trait</u>
1 Capsule porcelaine fond plat de 500 cc
3 Erlen de 750 cc à col large
1 Microburette de 5 cc graduée au 1/50 cc

PREPARATION DES SOLUTIONS	E	A	U	X
	Oxygène dissous Méthode de Winkler			

Solution Saturée de Sulfate de Manganèse

- Peser 120 g de Sulfate de Manganèse
Faire dissoudre dans 200 cc d'eau permutée, bouillie -

Solution Sodique d'Iodure de Potassium

- Dissoudre 40 g de Soude caustique RP, en pastilles dans 100 cc d'eau permutée bouillie - Verser les pastilles dans l'eau en agitant jusqu'à dissolution complète - Laisser refroidir -
- Ajouter dans la solution de Soude refroidie 15 g d'Iodure de Potassium - Quand la dissolution est terminée passer en flacon.

Fluorure de Potassium à 40 %

- Peser 40 g, faire dissoudre dans 100 cc d'eau permutée bouillie -

Acide sulfurique au 1/2

- Utiliser pour sa fabrication de l'eau permutée bouillie -

Hyposulfite N/10 - Voir à Solutions titrées -

METHODE D'ANALYSE	E A U X
	Oxygène dissous Méthode de Winkler

- 1 - Rincer le flacon jaugé avec l'eau à examiner
- 2 - Poser le flacon, contenant les 3 petits agitateurs, dans une capsule de porcelaine, remplir d'eau à raz bord -
- 3 - Introduire au fond du flacon
 - 1 cc de solution saturée de sulfate de manganèse
 - 1 cc de solution sodique d'iodure de potassium
- 4 - Poser le bouchon en veillant à bien mouiller la base les parois du bouchon de façon à ne laisser aucune bulle d'air - si la plus petite bulle d'air était retenue, recommencer, l'opération -
- 5 - Boucher en laissant déborder l'excès d'eau.
- 6 - Agiter pour bien mélanger l'eau et les réactifs puis laisser reposer 5 minutes.
- 7 - Ouvrir le flacon, introduire au fond avec une pipette 1 cc de Fluorure de Potassium à 40 % -
- 8 - Reboucher, en veillant à ne pas introduire de bulle d'air - agiter une minute.
- 9 - Ouvrir le flacon introduire au fond avec une pipette, 5 cc d'acide sulfurique au 1/2 -
- 10 - Reboucher, agiter jusqu'à dissolution complète du précipité, puis transvaser dans un erlen de 750 cc -
- 11 - Titrer aussitôt avec une solution d'hyposulfite de Sodium N/10 jusqu'à décoloration complète -

Tarage du flacon

Avant chaque série de dosages :

- Peser le flacon vide et sec, avec bouchon et agitateurs.
- Remplir exactement d'eau et boucher comme il est expliqué en "4" -
- Bien essuyer l'eau ayant coulé sur l'extérieur du flacon
- Peser le flacon plein

Oxygène dissous
Méthode de Winkler

£ Tarage du flacon

Poids du flacon plein en g

- Poids du flacon vide en g

= Volume du flacon en cc

Prise d'essai Volume du flacon - 2 cc = P.E en cc

O. dissous

A - Exprimé en volume = Cm^3 par litre =

$$\frac{n^{\text{cc}} \text{S}^2\text{O}_3\text{Na}^2 \times 0,559 \times 1000}{\text{Prise d'essai en cc}} = 0 \text{ en } \text{Cm}^3/\text{litre}$$

B- Exprimé en poids = g par litre =

$$\frac{n^{\text{cc}} \text{S}^2\text{O}_3\text{Na}^2 \times 0,8 \times 1000}{\text{Prise d'essai en cc}} = 0 \text{ en g/litre}$$

Transcris le :

DAHOMÉY

Relevé d'activité :

X

Ca⁺⁺ et Mg⁺⁺
par Complexométrie

Principe

Ca donne avec le sel disodique de l'acide éthylène diamine tétracétique (EDTA) un Complexe stable à pH - 13.

Le réactif de Patton et Reeder [Acide hydroxy-2 (hydroxy-2 Sulfo-4 napytlazo-1) -1 naphthoïque-3], donne un virage très net du rose au bleu lors de la disparition d'ions Ca -

Fe, Al, Mn, Mg, sont complexés par la triéthanolamine -

En présence de quantités importantes de Mg celui-ci précipite à pH 13 et gêne le dosage (par adsorption du réactif coloré en particulier) il est nécessaire, dans le cas d'eaux fortement magnésiennes, de diluer la prise d'essai avant complexion à la triéthanolamine -

Une forte teneur en P²O⁵ gêne également et dans ce cas il serait indispensable de séparer cet anion -

La somme Ca + Mg est dosée de la même façon à pH 10 en présence de noir ériochrome qui est rouge vineux en présence de Mg⁺⁺ et bleu en son absence -

Les ions gênants sont complexés par la triéthanolamine et le Cyanure de Potassium -

Précision - On utilise une solution d'EDTA N/50 2 gouttes
(précision maximum du dosage) → 0,04 mg de Ca
0,024mg de Mg

Pour les eaux douces ou l'on opère généralement sur une prise d'essai de 100 cc la précision maximum du dosage est

donc → 0,4 g/m³ pour Ca
0,24 g/m³ pour Mg

Pour les eaux très saumâtres, une prise d'essai de 25 cc donne une précision de → 1,6 g/m³ pour Ca
0,96 g/m³ pour Mg

Rendement - Un opérateur peut effectuer 60 dosages par jour
soit 30 Ca et 30 Mg -

Produits et matériel nécessaires pour 1000 dosages de Ca
et 1000 dosages de Mg à cette cadence -

Produits :

175 g Complexon (EDTA)
1 Kg Chlorure d'Ammonium RP
16 l. Ammoniaque RP
16 l. Triéthanolamine
2,5 Kg Sulfate ferreux technique
0,6 Kg Cyanure de Potassium RP
0,2 Kg Potasse caustique RP
0,23Kg Chlorure de Sodium RP
1,2 g Noir ériochrome T
2 gr. Réactif de Patton et Reeder
30 m Papier indicateur pH 9,5 à 13
30 m Papier indicateur pH 6,5 à 10

Matériel :

100 Fioles cylindro-coniques de 250 cc
10 Barreaux aimantés
1 Burette automatique de 20
3 Doseurs Héron de 2 x 5 cc
1 " " de 2 x 10 cc
1 Pipette de 100 cc
1 " de 50 cc
1 " de 25 cc

PREPARATION DES SOLUTIONS

E A U X

Ca par Complexométrie

Triéthanolamine 50 %

Mesurer 500 cc de Triéthanolamine dans un ballon jaugé de 1^l.
Compléter à 1^l. avec eau déminéralisée -
Mettre en flacon de verre jaune.

KOH 3N

- Peser 168 g de Potasse en pastilles, les mettre dans un becher de 2^l. - Lui-même placé dans un bain réfrigérant -
- Mesurer 1^l. d'eau déminéralisée dans une éprouvette
- Mettre des lunettes de protection
- Verser lentement l'eau dans le becher contenant la Potasse en agitant continuellement jusqu'à dissolution - (Attention aux projections).
- Laisser bien refroidir
- Mettre dans des flacons de polyéthylène de 250 cc.

Réactif de Patton et Reeder

- Peser dans un mortier de porcelaine 50 g de Chlorure de Sodium RP
- Peser ensuite 50 mg de réactif de Patton et Reeder
- Broyer pour bien homogénéiser
- Conserver en boîte de plastique

Complexon N/50

- Voir préparation et contrôle à "Solutions Titrées" -

METHODE D'ANALYSES	E A U X
	Ca par Complexométrie

- 1 - Mesurer très exactement 100 cc d'eau avec un ballon jaugé et les placer dans un erlen de 250, - rincer le ballon et joindre l'eau de rinçage aux 100 cc prélevés.
- 2 - Ajouter 5 cc de Triéthanolamine à 50 % -
- 3 - Ajouter goutte à goutte KOH 3N jusqu'à pH 13 (vérifier en faisant des touches au papier indicateur) -
- 4 - Ajouter un tout petit peu de réactif de Patton et Reeder -

En présence de Ca la solution prend une teinte rose.

- 5 - Titrer par Complexon N/50 jusqu'à virage au bleu - vert.
- 6 - Noter sur la feuille d'analyse le volume de la prise d'essai et le nombre de cc de Complexon versé.

ATTENTION - Lorsqu'on ajoute KOH 3N, il peut se produire un précipité qui ne disparaît pas - dans ce cas arrêter ce dosage et prévenir le Chef de Laboratoire.

CALCUL DES ANALYSES

ANALYSE DES EAUX

Ca par Complexométrie

A - Si la prise d'essai est de 100 cc

- Nombre de cc. de Complexon versé X $\frac{1}{10}$ = Ca g/m³

B - Si la prise d'essai n'est pas 100 cc

- Nombre de cc. de Complexon versé X $\frac{0,01}{\text{Nbre. de cc de la P.E}} \times 1000$ = Ca g/m³

Calcul de $\frac{\text{mg}}{\text{m}^3}$

Nombre $\frac{\text{g}}{\text{m}^3}$ de Ca = Nombre $\frac{\text{mg}}{\text{m}^3}$ de Ca
20

PREPARATION DES SOLUTIONS

Mg par Complexométrie

Tampon Magnésium (pour Cyanure)

- Fabriquer par 5 l.

Peser 125 g de Chlorure d'Ammonium

Mesurer 1,250 d'Ammoniaque concentrée

1,250 de Triéthanolamine

2,500 d'Eau déminéralisée

Bien agiter -

- Passer dans des flacons de 1^{l.}

Cyanure de Potassium

Produit très dangereux à manipuler avec beaucoup de précautions - mettre gants et lunettes.

- Fabriquer par 1^{l.}

Peser ~~50~~ 50 g de Cyanure de Potassium dans un becher de 1^{l.} - Ajouter 800 cc d'eau - Faire dissoudre à froid en agitant - Passer dans un ballon de 1^{l.} - Laver ce becher et faire volume à 1^{l.}

- Mettre en flacons polyéthylène de 100 cc
- Noter sur chaque flacon la date de préparation
- Garder ces flacons dans une armoire fermée à clé
- Donner aux opérateurs un seul flacon à la fois contre remise d'un flacon vide.

Noir Eriochrome T

- Peser 50 mg de Noir Eriochrome T
- Placer dans un mortier de porcelaine avec 50 g de Chlorure de Sodium
- Broyer pour obtenir un bon mélange homogène
- Placer dans une boîte de plastique

Complexon N/50

Voir préparation et contrôle à "Solutions Titrées".

METHODE D'ANALYSE

ANALYSE DES EAUX

Mg par Complexométrie

Dosage de la somme Ca + Mg

- 1 - Mesurer très exactement 100 cc d'eau avec ballon jaugé et les placer dans un erlen de 250 cc - rincer le ballon et joindre l'eau de rinçage aux 100 cc prélevés.
- 2 - Ajouter goutte à goutte, du Tampon magnésium (pour Cyanure), jusqu'à obtenir pH 9 à 10 - (vérifier en faisant des touches au papier indicateur).
- 3 - Ajouter alors ~~10~~ 10 cc de Tampon Mg (pour Cyanure) mesurés avec une éprouvette.
- 4 - Ajouter ensuite 5 cc de solution de Cyanure de Potassium à ~~16~~ 6% - Attention cette solution est très dangereuse, mesurer avec une éprouvette réservée à cela et prendre beaucoup de précautions - une très petite quantité peut tuer un homme.
- 5 - Ajouter un tout petit peu de Noir Eriochrome T (avec la mesure qui est dans la boîte) -
- 6 - Titrer avec une solution de Complexon N/50 - La solution passe du Bleu au Vert.
- 7 - Avant la fin du virage, quand la solution commence de changer de couleur, ajouter 5 cc d'ammoniaque concentrée.

Les dernières gouttes de Complexon doivent être ajoutées très lentement.
- 8 - Après le dosage - Verser la solution que l'on vient d'analyser dans une bonbonne de dénaturation", jamaïs dans l'évier, puis se laver les mains soigneusement.

CALCUL DES ANALYSES

ANALYSES DES EAUX

Mg par Complexométrie

- 1 - Vérifier si la prise d'essai pour Ca et Mg est la même (100 cc en général) -

Dans le cas où les deux prises d'essai ne sont pas du même nombre de cc - Demander des instructions au Chef de Laboratoire.

- 2 - Faire la soustraction :

Nombre de cc de Complexon versés pour Mg
moins

" " " " " " " Ca

- 3 - Si la prise d'essai est 100 cm³

Résultat de la soustraction X 2,4 Mg g/m³

Si la prise d'essai est autre que 100 cm³

Résultat de la soustraction $\frac{X 0,24 \times 1000}{\text{Nbre cc de la P.E}} = \text{Mg g/m}^3$

- 4 - Calcul de méq/m³

$\frac{\text{Nombre de g/m}^3}{12} = \text{Nombre de méq/m}^3$

XI

Na^+ et K^+
par Photométrie de Flamme

Les ions Na et K excités par une flamme émettent des radiations de longueur d'onde déterminée dont l'intensité est liée à leur concentration. Des filtres permettent de séparer les radiations émises par l'un ou l'autre de ces cations -

En raison de la disproportion de teneurs entre Na et K une interférence du premier sur le second est constatée -

Cette interférence négligeable sur les faibles teneurs est compensée à partir de 200 γ/cc de Na pour 10 γ/cc de K par adjonction de Na à la solution étalon de K -

L'interférence des ions Ca, Mg, Al ou Fe est négligeable dans les teneurs ou nous opérons -

Précision - Sur eaux douces

$\text{K} \pm 0,10 \gamma/\text{cc}$

$\text{Na} \pm 0,4 \gamma/\text{cc}$

Sur eaux très saumâtres : $\text{K} \pm 1 \gamma/\text{cc}$

$\text{Na} \pm 40 \gamma/\text{cc}$

Rendement - Sur les faibles teneurs

100 γ/cc Na

50 γ/cc K

60 dosages/jour de Na
et 60 " " de K

Sur teneurs plus élevées et lorsque joue l'interférence de Na sur K

40 dosages/jour de Na
et 40 " " de K

Produits et matériel nécessaires pour doser 1000 Na et 1000 K à cette cadence :

Produits : 10¹. Solutions étalons
3,5 Bouteilles d'oxygène
1,75 Bouteilles de butane

Matériel :

100 Bechers de 10 cc modèle "pour Photomètre Coleman"
20 Ballons jaugés de 50 cc
20 Ballons " " 100 cc
20 Ballons " " 250 cc
20 Ballons " " 500 cc

l'exactitude de ces ballons doit être vérifiée par contrôle gravimétrique - ils sont réservés à cet usage -

1 Pipette étalon de 5 cc
1 " " de 10 cc
1 " " de 25 cc

METHODE D'ANALYSE	E A U X
	Na et K par Photométrie de Flamme

- 1- Mettre le photomètre de flamme en chauffage - pour cela - ~~enclencher~~ le contact électrique du boîtier de commande - débrancher le cordon reliant le photomètre au galvanomètre -
- 2- Prélever les échantillons d'eaux - en filtrer environ 50 cc sur papier serré (bleu ou gris) - garnir ensuite les petits béciers de 10 cc avec les échantillons - noter sur la feuille d'analyse les numéros de béciers -
- 3- Après 1/2 h. de chauffage du photomètre - procéder à l'allumage du brûleur - pour cela = enlever la cheminée
 - ouvrir progressivement le butane en présentant une flamme au bas de la grille du brûleur -
 - quand le gaz s'est allumé ouvrir progressivement l'oxygène -
 - régler ensuite les gaz aux repères indiqués sur les manomètres, soit 0,9 bar pour l'oxygène
350 millibar pour le butane

quand la flamme est ainsi réglée mettre en place la lentille et le filtre choisi de façon telle que l'inscription Na ou K soit - tournée vers soi -
On doit toujours commencer par la détermination de Na

- Remettre la cheminée en place
 Placer un bécier d'eau distillée dans le support du brûleur - fermer la porte et tourner le bouton pour mettre la solution en pulvérisation -
- Brancher le cable reliant le photomètre au galvanomètre -
 - Laver le bouton de contact situé derrière le galvanomètre - Le spot lumineux doit apparaître sur le verre dépoli -
 - Agir sur les deux boutons du photomètre marqués BLK Coarse" puis "BLK Fine" pour régler le spot sur la graduation 0 de l'échelle % T (graduation noire)
 - NB- Vérifier que le bouton " 20 " du photomètre est tournée vers la gauche et que ces deux boutons marqués "BAC" et "STD" du galvanomètre sont également tournés sur la gauche, à bout de course - ces 3 boutons ne doivent être jamais touchés et doivent toujours rester dans cette position -
 - Enlever le bécier d'eau distillée et placer un bécier contenant la solution étalon destinée au réglage du 100 et choisie d'après le tableau suivant :

..../.

Choix de la Courbe			Vérification de la Courbe			
	Courbe n°	Solution pour tarage du 100	Solution	Lecture	Solution	Lecture
Na	1	50 Y / cc (100)	20 Y / cc	61	35 Y / cc	84,5
	2	100 Y / cc (100)	40 Y / cc	66	70 Y / cc	86
K	1	10 Y / cc (100)	3 Y / cc	33	7 Y / cc	71
	2	50 Y / cc (100)	15 Y / cc	41,5	35 Y / cc	80
	3	10 Y / cc (100) - (interférence) -	3 Y / cc (interférence)	31	7 Y / cc (interférence)	68,5
	4	10 Y / cc (100) (interférence)	A 3 Y / cc (interférence)	38,5	A 7 Y / cc (interférence)	71
			B 3 Y / cc (interférence)	41,5	B 7 Y / cc (interférence)	74,5
	5	10 Y / cc (100) (interférence)	A 3 Y / cc (interférence)	41	A 7 Y / cc (interférence)	74
			B 3 Y / cc (interférence)	45	B 7 Y / cc (interférence)	77,5

On doit toujours commencer par la courbe Na-1

Si les déviations étaient trop forte (> 90)

On prendrait la courbe Na-2 - De toute façon la détermination de Na doit être effectuée en premier -

- Régler la déviation au 100 de la graduation % T (noir) en utilisant les boutons "Galv Coarse" puis "Galv Fine" du galvanomètre -

Vérifier ensuite le réglage du zéro puis le tarage du 100 plusieurs fois de suite jusqu'à ce que les deux réglages soient stables -

- Passer ensuite les deux solutions de vérification de la courbe indiquées par le tableau I - Les déviations obtenues doivent correspondre ± 1 à celles indiquées par le tableau - si non revoir le réglage du 0 et le tarage du 100 -

Les vérifications terminées passer les échantillons - tous les 5 échantillons, aux moments indiqués par le trait rouge de la plaque porte-échantillons, faire une vérification et un réglage si nécessaire, du 0 et du 100 -

Si la déviation est supérieure à 90 réétalonner l'appareil avec la courbe Na-2

Si la déviation était encore supérieure à 90 - procéder aux dilutions de la façon suivante, en utilisant toujours la courbe Na - 2 -

- Prélever 25 cc d'eau, faire volume à 50 cc en complétant avec de l'eau distillée - bien agiter -

- Passer la solution ainsi diluée -

- Si la déviation est encore supérieure à 90 faire une nouvelle dilution en prenant 20 cc d'échantillon et en diluant à 50 cc -

- Faire si nécessaire des dilutions plus grandes =
- | | | |
|-------|----|--------|
| 10 cc | à, | 50 cc |
| 5 cc | à | 50 cc |
| 5 cc | à | 100 cc |
| 5 cc | à | 250 cc |
| 5 cc | à | 500 cc |

N.B- Ne jamais prélever moins de 5 cc et utiliser pour cela une pipette étalonnée et réservée à cet usage -

Une fois les mesures de Na effectuées étalonner l'appareil de la même façon que pour Na avec les courbes K - 1 ou K - 2 si nécessaire -

Effectuer les mesures avec la même dilution que pour Na -

Si les chiffres obtenus ainsi sont inférieurs à 20 alors que l'on a dilué l'échantillon

Attendre que les teneurs de Na soient calculées puis, d'après le tableau II choisir une dilution convenable et utiliser la courbe correspondant à la teneur Na de la Solution ainsi diluée -

Porter sur la feuille d'analyses toutes indications de prise d'essai, dilution à Volume, n° de courbe et lecture -

Tableau II

Courbes et tableaux de Lecture à utiliser pour le dosage et le calcul de K en fonction de la teneur en Na -

Teneur Na		Teneur K		
Dilution nécessaire pour lecture avec la courbe Na-2	Limites de teneurs Na en γ /cc	Courbe d'étalonnage à utiliser		Tableau de Lecture à utiliser
		n° Courbe	Limites en γ /cc de K	
0 à 2	0 à 200	K - 1	0 à 10 γ /cc	K - 1
		K - 2	0 à 50 γ /cc	K - 2
3 à 10	200 à 1000	K - 3	0 à 10 γ /cc	K - 3
11 à 20	1000 à 2000	K - 4	0 à 10 γ /cc	1000 à 1600 γ /cc Na } K - 4 - A
				1600 à 2000 γ /cc Na } K - 4 - B
21 à 30	2000 à 3000	K - 5	0 à 10 γ /cc	2000 à 2400 γ /cc Na } K - 5 - A
				2400 à 3000 γ /cc Na } K - 5 - B

CALCUL DES ANALYSES	E A U X
	Na et K par Photométrie de Flamme

Na - Prendre le tableau correspondant à la courbe indiquée sur la feuille d'analyse

a) s'il n'y a pas eu de dilution

Teneur γ /cc indiquée par le tableau =
Teneur Na en g/m^3 de l'échantillon -

b) s'il y a eu dilution

Teneur γ /cc indiquée par le tableau X Dilution en cc =
P. E en cc

Teneur Na g/m^3 de l'échantillon

Dans tous les cas

Teneur Na en g/m^3 = eq/ m^3
23

K - Prendre le tableau correspondant à la courbe indiquée sur la feuille d'analyse.

N.B pour les courbes K 4 et K 5 demander au chef de laboratoire le tableau à utiliser -

a) s'il n'y a pas eu de dilution

Teneur γ /cc indiquée pour le tableau =
Teneur K en g/m^3 de l'échantillon -

b) s'il y a eu dilution

Teneur γ /cc indiquée par le tableau X Dilution en cc =
P. E en cc

Teneur K en g/m^3

Dans tous les cas

Teneur K en g/m^3 = eq/ m^3
39

UNITES STÉRINES	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9
	0			0,4	0,5	0,6	0,8	1,0	1,2	1,4
1	1,6	1,8	2,0	2,2	2,4	2,6	3,0	3,2	3,4	3,8
2	4,0	4,2	4,6	4,8	5,2	5,4	5,8	6,0	6,4	6,6
3	7,0	7,4	7,6	8,0	8,4	8,8	9,2	9,4	9,8	10,2
4	10,6	11,0	11,2	11,6	12,0	12,4	12,8	13,2	13,6	14,0
5	14,6	15,0	15,4	15,8	16,4	16,8	17,2	17,8	18,2	18,8
6	19,4	19,8	20,4	21,0	21,6	22,2	22,8	23,4	24,0	24,6
7	25,2	25,8	26,4	27,2	27,8	28,4	29,0	29,8	30,4	31,0
8	31,8	32,4	33,2	34,0	34,6	35,4	36,2	37,0	37,8	38,6
9	39,4	40,2	41,2	42,0	43,0	44,0	45,0	46,0	47,2	48,6
10	50,0	E.M.-31/								

Photométrie
de flamme -

Na

Courbe N°1

0 = eau distil-
lée

100 = 50%/cc Na

Janvier 66

unités
0,2 UNITÉS

	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9
0						0,8	1,0	1,2	1,4	1,6
1	1,8	2,0	2,4	2,8	3,0	3,4	3,6	4,0	4,4	4,8
2	5,2	5,6	6,0	6,4	6,8	7,4	8,0	8,4	8,8	9,2
3	9,8	10,4	10,8	11,2	12,0	12,4	13,2	13,6	14,0	15,0
4	15,6	16,4	17,0	17,6	18,4	19,2	20,0	20,8	21,6	22,4
5	23,2	24,0	24,8	25,6	26,8	27,6	28,8	29,6	30,8	32,0
6	32,8	34,0	35,2	36,4	37,6	38,8	40,0	41,2	42,4	43,6
7	44,8	46,4	47,6	49,2	50,4	52,0	53,2	54,8	56,4	58,0
8	59,2	60,8	62,4	64,0	65,6	67,2	68,8	70,4	72,4	74,0
9	76,0	78,0	80,0	82,0	84,0	86,4	88,4	91,2	94,0	96,8
10	100,0									

Photométrie
de flamme -

Na

Courbe N°2

0 = eau distil-
lée

100 = 100%/cc Na

Janvier 66

E.M.-32

UNITES DIZAINES	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9
	0	0,04	0,12	0,20	0,28	0,36	0,44	0,52	0,64	0,72
1	0,80	0,88	0,96	1,04	1,12	1,24	1,32	1,40	1,52	1,60
2	1,72	1,80	1,88	2,00	2,08	2,20	2,28	2,36	2,48	2,56
3	2,68	2,76	2,88	3,00	3,08	3,20	3,32	3,40	3,52	3,60
4	3,72	3,84	3,92	4,04	4,12	4,24	4,32	4,44	4,56	4,64
5	4,76	4,84	4,96	5,08	5,16	5,28	5,40	5,48	5,60	5,72
6	5,80	5,92	6,04	6,12	6,24	6,32	6,44	6,52	6,64	6,76
7	6,84	6,96	7,04	7,16	7,28	7,40	7,48	7,60	7,68	7,80
8	7,92	8,04	8,12	8,24	8,36	8,44	8,56	8,64	8,76	8,88
9	8,96	9,08	9,20	9,28	9,40	9,52	9,60	9,72	9,80	9,92
10	10,0									

Photométrie
de l'anneau
K

Courbe N°1

C = eau dis-
tillée

100 = 100%/cc K

Janvier 66

ENM-33

Unités ↓ t- aines	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9
0		0,50	0,75	1,00	1,25	1,75	2,00	2,25	2,50	2,75
1	3,00	3,50	3,75	4,00	4,50	4,75	5,25	5,50	5,75	6,25
2	6,50	7,00	7,25	7,75	8,00	8,50	8,75	9,25	9,50	10,00
3	10,25	10,75	11,00	11,50	12,00	12,25	12,75	13,25	13,50	14,00
4	14,50	14,75	15,25	15,75	16,00	16,50	17,00	17,50	18,00	18,50
5	19,00	19,25	19,75	20,25	20,75	21,25	21,75	22,50	22,75	23,25
6	23,75	24,25	24,75	25,50	26,00	26,50	27,00	27,50	28,00	28,75
7	29,25	29,75	30,25	31,00	31,50	32,00	32,50	33,00	33,75	34,25
8	35,00	35,50	36,00	36,75	37,50	38,25	38,75	39,25	40,00	40,75
9	41,50	42,25	43,00	43,75	44,50	45,50	46,25	47,00	48,00	49,00
10	50,00									

Photométrie
de Flamme

K

0 à 50 Y/cc
de K

Courbe n°2

0 = eau distillée
100 = 50 Y/cc K

++++

E.M.-42/

E.M.-42

Unités Di- zaines	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	
0					0,10	0,20	0,30	0,40	0,55	0,65	Photométrie de Flamme
1	0,75	0,85	1,00	1,05	1,15	1,30	1,40	1,50	1,60	1,70	<u>K</u>
2	1,80	1,95	2,05	2,15	2,25	2,35	2,45	2,55	2,70	2,80	Courbe K - 3
3	2,90	3,00	3,10	3,20	3,30	3,45	3,55	3,65	3,75	3,85	utilisable pour teneurs
4	3,95	4,05	4,20	4,30	4,40	4,50	4,60	4,70	4,80	4,95	K de 0 à 10 γ /cc en présence de 200 à 1000 γ /cc de Na
5	5,05	5,15	5,25	5,35	5,45	5,55	5,65	5,80	5,90	6,00	0 = eau distillée
6	6,10	6,20	6,30	6,40	6,50	6,65	6,75	6,85	6,95	7,05	100 = K = 10 γ /cc Na = 1000 γ /cc
7	7,15	7,25	7,35	7,50	7,60	7,70	7,80	7,90	8,00	8,15	+++
8	8,25	8,35	8,45	8,55	8,65	8,75	8,90	9,00	9,10	9,20	
9	9,30	9,40	9,50	9,65	9,75	9,85	10,00				
10											

Unités Di- zaines ↓	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9
0										
1		0,10	0,20	0,30	0,40	0,45	0,55	0,65	0,75	0,85
2	1,00	1,05	1,15	1,25	1,40	1,50	1,60	1,70	1,85	1,95
3	2,05	2,15	2,25	2,40	2,50	2,60	2,75	2,85	2,95	3,05
4	3,15	3,30	3,40	3,50	3,60	3,70	3,85	3,95	4,05	4,20
5	4,30	4,40	4,55	4,65	4,80	4,90	5,05	5,15	5,30	5,40
6	5,50	5,65	5,80	5,90	6,05	6,15	6,30	6,40	6,55	6,70
7	6,85	7,00	7,10	7,25	7,40	7,50	7,65	7,80	7,90	8,05
8	8,20	8,35	8,50	8,60	8,75	8,90	9,05	9,25	9,40	9,55
9	9,70	9,85	10,00							
10										

Photométrie
de Flamme

K

Courbe K - 4 - A

utilisable pour
teneurs

K 0 à 10 γ /cc

en présence de
1000 à 1500 γ /cc
de Na

0 = eau distillée

100 = K = 10 γ /cc

Na = 2000 γ /cc

++++

Unités Di- zaines ↓	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	Photométrie de Flamme <u>K</u> Courbe K - 4- B utilisable pour teneurs K de 0 à 10 ‰/cc en présence de 1500 à 2000 ‰/cc de Na 0 = eau distillée 100 = K → 10 ‰/cc Na → 2000 ‰/cc <u><u></u></u> (1.3.66)
0											
1					0,15	0,25	0,35	0,45	0,50	0,60	
2	0,70	0,80	0,95	1,00	1,10	1,20	1,30	1,45	1,50	1,65	
3	1,75	1,85	1,95	2,05	2,15	2,30	2,40	2,50	2,60	2,70	
4	2,80	2,95	3,05	3,15	3,25	3,40	3,50	3,65	3,75	3,85	
5	3,95	4,10	4,20	4,35	4,45	4,60	4,70	4,80	4,90	5,05	
6	5,15	5,30	5,45	5,55	5,70	5,85	6,00	6,10	6,20	6,30	
7	6,45	6,55	6,70	6,80	6,90	7,05	7,15	7,30	7,40	7,50	
8	7,65	7,80	7,95	8,05	8,20	8,30	8,40	8,55	8,65	8,80	
9	8,95	9,05	9,20	9,35	9,45	9,60	9,70	9,85	10,00		
10											E.M.-45

Unités ↓ Dixaines	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9
0										
1						0,10	0,20	0,30	0,40	0,50
2	0,60	0,70	0,85	0,95	1,05	1,15	1,25	1,35	1,40	1,60
3	1,70	1,80	1,90	2,05	2,15	2,25	2,40	2,50	2,60	2,75
4	2,85	3,00	3,10	3,25	3,35	3,45	3,60	3,70	3,85	3,95
5	4,10	4,20	4,35	4,45	4,60	4,70	4,85	4,95	5,10	5,20
6	5,35	5,45	5,60	5,70	5,85	5,95	6,10	6,20	6,30	6,45
7	6,60	6,70	6,85	6,95	7,05	7,20	7,30	7,45	7,55	7,70
8	7,80	7,95	8,05	8,20	8,30	8,45	8,55	8,70	8,80	8,95
9	9,05	9,20	9,30	9,45	9,55	9,70	9,80	9,95	10,00	
10										

Photométrie
de Flamme

K

Courbe K - 5 - A

utilisable pour
teneurs
K de 0 à 10 ‰/cc
en présence de
2000 à 2400 ‰/cc
de Na

0 = eau distil-
lée

100 = K = 10 ‰/cc
Na = 3000 ‰/cc

(1.3.66)

E.M.-46

Unités Di- gaines	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9
0										
1								0,05	0,15	0,25
2	0,35	0,45	0,55	0,65	0,75	0,85	0,95	1,00	1,15	1,25
3	1,35	1,45	1,55	1,65	1,75	1,85	1,95	2,10	2,20	2,30
4	2,40	2,55	2,65	2,80	2,90	3,00	3,10	3,20	3,35	3,45
5	3,55	3,70	3,80	3,95	4,05	4,15	4,25	4,40	4,50	4,65
6	4,75	4,90	5,00	5,10	5,25	5,35	5,45	5,60	5,75	5,85
7	6,00	6,15	6,25	6,40	6,50	6,65	6,80	6,95	7,05	7,20
8	7,35	7,50	7,60	7,75	7,90	8,05	8,20	8,35	8,50	8,65
9	8,80	8,95	9,10	9,25	9,35	9,55	9,70	9,85	10,00	
10										

Photométrie
de Flamme

K

Courbe K - 5 - B

utilisable pour
teneurs

K de 0 à 10 γ /cc
en présence de
2400 à 3000 γ /cc
de Na

0 = eau distil-
lée

100 = K = 10 γ /cc
Na = 3000 γ /cc

(1.3.66)

E.M.- 47

PHOTOMETRIE DES ALCALINS

Nbre d'Ech-^{ons} : . . .

Terminé le : . . .

EAUX

Satmètres

Transcrit le:

N°		Na										K										Relevé d'activité:			
abo.																						VERIFICATION DES COURBES ---			
/6..																									
Na d'Ordre																									
P. E. Cm ³																									
Dilution à Cm ³																									
X Dilution																									
Lecture																									
Courbe Na																									
Na γ/Cm ³																									
Dilution																									
Na g / m ³																									
Na eq. / m ³																									
P. E. Cm ³																									
Dilution à Cm ³																									
X Dilution																									
Lecture																									
Courbe Na																									
K γ/Cm ³																									
Dilution																									
K g / m ³																									
K eq. / m ³																									

XII

Fe

Colorimétrie à l'O.phenantroline

Principe

Le Fe^{++} donne avec l'Ortho-Phenantroline (1-O.phenantroline) un complexe coloré très stable dans le temps et dans un intervalle très large du pH -

On peut ajouter un peu de Citrate pour éviter une précipitation gênante de Phosphates (si l'on avait affaire à des eaux très chargées en cet anion) -

Précision

Dans les conditions de la méthode ± 1 division du colorimètre correspond $\pm 0,0125$ g/m³ de Fe.

On doit opérer de façon à se trouver entre 0,56 et 3,66 %/cc de Fe teneurs entre lesquelles la loi de Beer est parfaitement suivie -

Rendement

On peut facilement effectuer une série de 50 dosages en une matinée -

Produits et matériel nécessaires pour 1000 dosages à cette cadence -Produits :

Acide chlorhydrique pur (pour lavage de la vaisselle)
Acide chlorhydrique pur (pour lavage de la vaisselle) = 10¹.
Acétate de Sodium RP 750 g
Acide acétique RP ... 1 Kg
Hydroquinone 40 g
Orthophenantroline .. 20 g

Matériel :

100 Tubes à essai "pour Colorimétrie" jaugés à 20 cc
100 Bouchons caoutchouc n°14
2 Burettes de 50 cc
1 " de 25 cc
1 Pipette de 10 cc
2 Bechers de 100 cc
6 Supports de tubes (de 10 tubes chacun)

PREPARATION DES SOLUTIONS

E A U X

Fe
Colorimétrie
à 1'0.phenantroline

- ATTENTION - Laver la vaisselle avant utilisation avec de l'acide chlorhydrique au 1/2, puis bien rincer à l'eau distillée et faire sécher à l'étuve.
- Solution d'Acétate de Sodium ~ 2 M
 - Peser 272 g d'Acétate de Sodium RP dans un becher de 1^l.
 - Dissoudre avec 500 cc d'eau environ
 - Ajouter lentement, et gouttes à gouttes à la fin, de l'acide acétique RP jusqu'à obtenir un pH de 3,5 (il faut environ 300 cc d'acide acétique)
 - Compléter le volume à 1^l avec de l'eau distillée.
- Solution d'Hydroquinone
 - a) Solution acétique/acétate pour l'hydroquinone
Peser 4,8 g d'acétate de Sodium - Dissoudre à l'eau distillée, passer dans un ballon jaugé d'un litre, ajouter 4 cc d'acide acétique et compléter à 1^l avec eau distillée -
 - b) Solution d'hydroquinone
Se prépare au moment de l'emploi en mettant dans un petit becher de 100 cc environ 1 g d'hydroquinone et 50 cc de "solution acétique/acétate" - bien agiter pour dissoudre - il doit rester quelques cristaux non dissous au fond du becher - Cette solution ne se conserve pas plus d'une journée -

Solution d'0.phenantroline à 1 %

- Peser 1 g d'orthophenantroline dissoudre dans 100 cc d'eau + 2 cc d'acide chlorhydrique -
- Conserver en flacon de verre jaune

-+--+--+--+--

E.M.-36

METHODE D'ANALYSE	E A U X
	Fe Colorimétrie O.phénantroline

Attention - Laver la vaisselle avant utilisation avec de l'acide chlorhydrique au 1/2, puis bien rincer à l'eau distillée et sécher à l'étuve -

- Prélever 10 cc d'eau et les placer dans un tube jaugé de 20 cc pour colorimétrie -
- Ajouter 2 cc d'Acétate de Sodium $\sim$ 2 M - bien agiter
- Ajouter 2 cc de Solution d'Hydroquinone - bien agiter
- Ajouter 1 cc de Solution d'O.phénantroline à 1 % -
- Compléter le volume à 20 cc avec eau distillée - bien agiter -
- Laisser reposer 2^{h.} à l'obscurité
- Faire lecture au colorimètre avec le filtre 490 m μ -

Avec chaque Série préparer de la même façon

- Un blanc à partir d'eau distillée
- Un étalon = pour cela prendre 10 cc de Solution étalon à 5 γ /cc de Fe et opérer comme pour les échantillons.-

--*--*--*--*--*--

E.M.-39

CALCUL DES ANALYSES

E A U X

Fe
par Colorimétrie de
l'O.phénantroline

$$I - \text{Calculer} = \frac{50}{20 \times \text{Lecture du Colorimètre pour l'étalon}} = T \text{ (3 décimales)}$$

$$II - \underline{\gamma / \text{cc Fe}}$$

$$T \times \text{Lecture colorimètre} = \gamma / \text{cc Fe}$$

$$III - \text{Fe } g/m^3 = \frac{\gamma / \text{cc Fe} \times \text{Vol. dilution en cc}}{P. E. \text{ en cc}}$$

Dans les conditions habituelles

$$\text{Prise d'essai} = 10 \text{ cc}$$

$$\text{Dilution à Vol.} = 20 \text{ cc}$$

$$T \times 2 \times \text{Lecture du Colorimètre} = \text{Fe } g/m^3$$

$$IV - \frac{\text{Fe } g/m^3}{18,7} = \text{Fe eq./m}^3$$

Pour ce dernier calcul le Fe est supposé être entièrement à l'état de Fe^{+++} .

[illegible]

ANALYSE DES EAUX

XIII

Al - Colorimétrie à l'ériochrome Cyanine R

Principe - L'ériochrome Cyanine donne avec Al^{+++} une coloration orangé qui absorbe essentiellement à $530 m\mu$ -

Afin d'éviter l'interférence de nombreux ions nous opérons dans des conditions bien précises de pH, de concentration de réactif, et en présence de thioglycolate de Sodium (réducteur et complexant) -

Dans ces conditions 2 mg/litre de Fe ne nous gênent pas (les eaux que nous avons à examiner ont généralement des teneurs en Fe ≤ 1 mg/l.)

Précision $\pm 0,05$ mg/l

Rendement - Un opérateur peut effectuer 50 dosages/jour

Produits et matériel nécessaires pour 1000 dosages à cette cadence -

<u>Produits</u> : Acétate d'ammonium RP	2,2	Kg
Thioglycolate de Sodium	140	g
Alcool éthylique RP	1,400	
Eriochrome Cyanine "R"	5	g
Chlorure de Sodium RP	170	g
Nitrate d'ammonium RP	170	g
Solution étalon d'Al à $\frac{1}{2}$ /cc	2,5	^l .
" titrée de Fe à $10 \frac{1}{2}$ /cc	0,5	^l .

Matériel :

- 60 Ballons jaugés de 50 cc
- 60 Bouchons caoutchouc n°10
- 60 Tubes pour colorimètre "LUMETRON"
- 1 Burette de 25 cc graduée au $\frac{1}{20}$ de cc
- 1 Microburette de 5 cc graduée au $\frac{1}{50}$ cc
- 2 Burettes de 25 cc graduées au $\frac{1}{10}$ de cc
- 1 Eprouvette graduée de 25 cc

PREPARATION DES SOLUTIONS	E A U X
	Al Colorimétrie par l'Eriochrome Cyanine R

Tampon acétique pour colorimétrie d'Al

320 g d'acétate d'ammonium RP sont pesés dans un becher de 600 cc on dissout à l'eau distillée et passe dans un ballon jaugé de 1^l. - ajouter 5 cc d'acide acétique RP et compléter le volume à 1^l avec de l'eau permutée - bien agiter - vérifier le pH qui doit être compris entre 5,9 et 6,0 -

- Si le pH était inférieur à 5,9 il faudrait ajouter quelques gouttes d'ammoniaque en agitant, sans le pHmètre jusqu'à obtenir 5,9 -
- Si le pH était plus fort que 6,0 il faudrait ajouter de la même façon quelques gouttes d'acide acétique pour l'abaisser à 6,0 -

Thioglycolate de Sodium -

Peser 6 g de Thioglycolate de Sodium dans un becher de 600 cc - ajouter 540 cc d'eau permutée, faire dissoudre - ajouter ensuite 60 cc d'alcool éthylique RP - passer en flacon de verre jaune - Cette solution n'est valable que 3 jours - passer ce délai il faut la jeter et en préparer une nouvelle - marquer sur l'étiquette du flacon la date de la préparation -

Eriochrome Cyanine R -

Peser 0,750 d'eriochrome Cyanine R dans un becher de 400 cc - Ajouter 200 cc d'eau permutée et faire dissoudre (sans chauffer) Ajouter alors 25 g de Chlorure de Sodium RP et 25 g de Nitrate d'ammonium RP, puis 2 cc d'acide nitrique RP -

Passer en ballon jaugé de 1^l et compléter avec eau permutée -

Bien agiter et conserver en flacon de verre jaune -

Solution étalon d'aluminium 2 γ /cc. - Voir à "Solutions titrées"

Solution de Fer 2 γ /cc - Voir à "Solutions titrées"

METHODE D'ANALYSE	E A U X
	Al^{+++} Colorimétrie à l'Eriochrome Cyanine

- Préparation de la gamme

dans 8 ballons jaugés de 50 cc

marqués	0	0,16	0,32	0,64	0,80	1,20	1,60	2,00
Introduire =		cc	cc	cc	cc	cc	cc	cc
- Sol ^{on} titrée								
Al à 2 $\%$ /cc = 0		2	4	8	10	15	20	25
- Sol ^{on} titrée								
Fe à 10 $\%$ /cc = 2,5		2,5	2,5	2,5	2,5	2,5	2,5	2,5
Eau distillée = 22,5		20,5	18,5	14,5	12,5	7,5	2,5	0

Attention - Mesurer les volumes de solutions titrées avec une très grande précision.
Bien agiter

- Préparation des échantillons

Prélever 25 cc d'eau à examiner dans des ballons jaugés de 50 cc

- Développement de la coloration

Dans chaque ballon, gamme et eau à examiner, ajouter successivement et dans l'ordre suivant =

- 10 cc de thioglycolate de Sodium
- 5 cc de Solution tampon

bien agiter, puis ajouter =

- 5 cc d'eriochrome Cyanine R -

compléter le volume à 50 cc avec de l'eau distillée

bien agiter, passer aussitôt dans des tubes pour colorimètre "LUMETRON"

- Mesure

- Placer sur le colorimètre le filtre 530 m μ -
- Régler le 100 avec la solution 0 de la gamme -
- Mesurer d'abord l'absorption des tubes de la gamme puis des eaux à examiner -
- Vérifier fréquemment la solution 0 et 2,00 -
- Inscrire les lectures sur la feuille d'analyse -

CALCUL DES ANALYSES	E	A	U	X
	Al^{+++} Colorimétrie à l'eriochrome Cyanine			

- Disposer d'une feuille de papier millimétré de 20 cm sur 35 cm
- Porter en ordonnées (verticalement) les teneurs en $\%$ /cc d' Al (1 cm = 0,1 $\%$ /cc) le 0 étant en bas -
- Porter en abscisses (horizontalement) les lectures du colorimètre de 100 (à gauche) à 30 - (1 cm = 2 divisions du colorimètre)
- Porter les lectures de la gamme et tracer la courbe -
- Reporter sur la courbe des lectures des échantillons et en déduire les teneurs en $\%$ /cc, à reporter sur la feuille d'analyses.
- Si la P.E. a été 25 cc et la dilution 50 cc $Al \%$ /cc = $Al \text{ g/m}^3$
- Si la P.E. a été plus faible (la dilution étant toujours à 50 cc)

$$\frac{Al \text{ } \%/cc \times 25}{P.E. \text{ en cc}} = Al \text{ g/m}^3$$

$$\text{- Dans tous les cas } \frac{Al \text{ g/m}^3}{9} = eq./m^3$$

Transcris le :

DAHOMEY

Relevé d'activité :

Saumâtres

OBSERVATIONS :

№

Labo

E-66.

Nº de tube

P.E.

Cm³

Dilution	
à	
Volume	
cc	

Lecture
Colori-
mètre

Al
/cc

Al
8/cc
dans
Solution
Initiale

Al
g/m³

Al
eq./m³

E.F.-13

ANALYSE DES EAUX

XIV

Mesures de pH et Résistivité

1 - Mesures de pH

Nous utilisons pour ces mesures un pH-mètre Philips "PR 9400" comportant 3 gammes de mesure de 0 à 6 pH

3	à	9	"
8	à	14	"

le constructeur annonce une précision et une sensibilité de 0,01 pH nous alimentons cet appareil sur le secteur, par l'intermédiaire d'un régulateur de tension qui assure $110 \pm 1,5 \%$ (pour une variation de tension d'alimentation de 10 % la repercussion sur la mesure de pH n'est que de 0,5 %) -

L'appareil est étalonné chaque jour avec une solution tampon étalon de pH 7 (le plus proche des valeurs mesurées) - l'étalement de la gamme est contrôlé avec une solution étalon de pH 4,01 (nous tolérons un écart de 4,0 à 4,1).

Le dérèglement d'un jour à l'autre est très rare et toujours inférieur à $\pm 0,1$ pH.

La température des eaux est déterminée à $\pm 0,5^\circ$ près et la correction faite en conséquence (le bouton de réglage permet d'apprécier 1°C) -

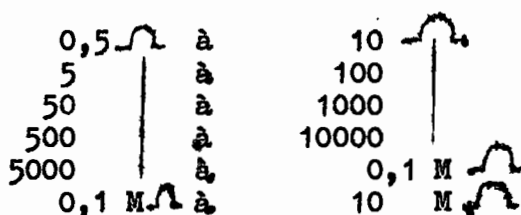
Rendement - Un opérateur peut effectuer 30 mesures par heure.

Matériel de rechange à prévoir

- Une série de lampes (le vieillissement des tubes peut entraîner un écart de 1 % maximum de l'étalonnage)
- 4 électrodes de verre "Philips 9410/00"
- 2 électrodes au calomel "Philips 9420/00"

2 - Résistivité

Nous utilisons un pont de mesure Philips "PR 9500" qui comporte 6 gammes de mesure



deux échelles sont utilisées :

- pour la 1^e (0,05 à 1) l'erreur relative est de 1,5 % au milieu et 3 % aux extrémités.
- pour la 2^e (0,1 à 10), et pour la valeur la plus grande ($\times 10^6$), l'erreur relative est de 2,5 % au milieu de l'échelle et de 5,5 % aux extrémités.

L'alimentation du joint peut être effectuée par une tension alternative à 50 C/S ou à 1000 C/S -

Lorsque l'on a des eaux saumâtres, qui ont une résistivité faible, on pourrait craindre une électrolyse avec polarisation des électrodes ce qui risquerait de fausser les mesures -

✓ Pour les eaux douces, de résistivité élevée, *les risques* de polarisation sont moindres, l'utilisation de la fréquence à 50 C/S permet d'obtenir un meilleur équilibre (compensation plus facile des éventuelles capacités parasites) -

Vérification de la constante de cellule

Une fois par mois l'on contrôle la constance d'étalonnage de la cellule en mesurant la résistivité d'une solution fraîchement préparée de KCl N/50 (15,491 g KCl par litre) et N/100 (0,7455 g KCl par litre) -

Résistance Spécifique (Ohm/Cm) de la Sol^{on} de KCl

✓

°C	N/50	N/100
20	400	782
21	392	766
22	384	751
23	376	736
24	369	712
25	362	708
26	355	694
27	348	681
28	341	668
29	335	656
30	329	644

Si nécessaire on calcule la nouvelle constante de cellule :

$$C = \frac{\text{Résistance Spécifique Ohm/Cm}}{\text{Valeur en Ohm/Cm trouvée par la mesure}}$$

Rendement - Un opérateur peut effectuer 20 mesures par heure.

METHODE DE MESURE (emploi du pHmètre Philips "Pr 9400)	E A U X
	pH

- Les électrodes doivent être continuellement branchées et plonger dans un becher plein d'eau -
- 1 - Enclencher le commutateur du "Reguvolt" puis le contact du pHmètre (petit bouton central sur point blanc) attendre 15 minutes avant de commencer les mesures.
- ✓ 2 - Prendre la température de l'eau à examiner et régler le plus exactement possible le bouton de gauche (temp. 40) -
- 3 - Placer le gros bouton central (gamme de mesure) sur la position 3 - 9 pH.
- ✓ 4 - Soulever les électrodes, les essuyer avec une feuille de papier Joseph et les plonger dans la solution étalon pH 7 -
- 5 - Si nécessaire régler, à l'aide du bouton de droite (Asym. Pot.) de façon que l'aiguille soit très exactement sur la position 7.
- 6 - Enlever la solution tampon, bien rincer les électrodes, les essuyer avec du papier Joseph et les plonger dans la solution étalon pH 4 -
- 7 - L'aiguille doit alors être sur le chiffre 4 ou entre 4,0 et 4,1 - (au dehors de ces limites ne pas effectuer de mesures et prévenir le Chef de Laboratoire) -
- 8 - Soulever les électrodes, les rincer soigneusement à l'eau distillée, les essuyer avec du papier Joseph et les plonger dans l'eau à examiner - faire la lecture après 5 secondes -
- 9 - Noter sur la feuille d'analyse
 - la température
 - la valeur du pH
- 10 - Entre chaque mesure rincer soigneusement les électrodes et les essuyer avant de les plonger dans la solution suivante -
- 11 - En fin de mesures plonger les électrodes dans un becher d'eau permutée et les y laisser -
- NB. - Pour l'essuyage des électrodes une réserve de morceaux de papier Joseph, compris à la dimension d'environ 10 x 7 cm, sont conservés dans une boîte à l'abri des souillures diverses -

METHODE DE MESURE (Utilisation de Résistivité Philips PR 9500)	E A U X
	Résistivité

I - Chauffage

- Mettre l'appareil en chauffage (lever l'interrupteur placé derrière l'appareil) 20 minutes avant l'utilisation prévue - vérifier que le bouton "Sensitivity" est poussé et le tube indicateur éteint -

II - Contrôle

- Mettre le bouton de sélection des gammes (en haut à gauche) sur la position Check -
- Tirer vers soi le bouton "Sensitivity", le tube indicateur doit s'allumer - le tourner alors complètement vers la droite -
- Tourner le bouton de réglage (situé en bas à droite) de façon telle que la partie sombre du tube indicateur soit la plus grande possible) quand ce résultat est obtenu vérifier la position de l'aiguille qui doit se trouver sur la graduation 1 de l'échelle II -
- Eteindre le tube indicateur en poussant le bouton "Sensitivity"

III -

- Sortir la cellule de mesure du becher d'eau où elle est conservée, l'essuyer avec du papier Joseph mais ne jamais passer de papier entre les électrodes de platine -

IV -

- Placer la cellule dans la solution à examiner
- Agiter une minute le becher à la main -
- Si on examine une eau saumâtre, placer le levier situé à droite du cadran sur la position 1000 C/S
- Si on examine une eau douce, placer ce levier sur la position 50 C/S.
- Placer le bouton de sélection des gammes sur la position 10³ s'il s'agit d'une eau saumâtre, ou 10⁵ s'il s'agit d'une eau douce -
- Tirer le bouton "Sensitivity" pour allumer le tube indicateur -
- Tourner le bouton de réglage pour obtenir une zone sombre la plus grande possible - (Si l'éclairage est flou on peut le corriger en agissant sur le bouton de correction placé en bas à gauche) -
- Si d'un bout à l'autre du cadran, on n'obtient pas de zone sombre, changer de gamme avec le bouton sélecteur -

- Lorsqu'on a obtenu la zone sombre maximum éteindre le tube indicateur en poussant le bouton "Sensitivity", puis noter sur la feuille d'analyse :
- La fréquence utilisée (1000 C/S ou 50 C/S)
- La constante de la cellule utilisée
- La température
- La gamme de mesure utilisée
- Le n° de l'échelle où l'on fait la lecture (indiqué dans le cadre blanc en face de la gamme utilisée : I ou II) -
- La lecture que l'on fait sur l'échelle I ou II.
- Sortir la cellule de la solution mesurée, la laver abondamment à l'eau distillée : pour cela boucher le fond du tube en appliquant un bouchon et remplir l'intérieur par un des trous latéraux, laisser écouler, puis recommencer 2 fois -

V -

Après utilisation éteindre l'appareil en abaissant l'interrupteur placé derrière, et mettre la cellule dans un becher d'eau distillée -

MODE DE CALCUL	E A U X
	Résistivité

Résistivité à t_a

Constante de Cellule X gamme de mesure X lecture = Résistivité en Ω/Cm à t_a

Coefficient de Correction de température "K"

t_a	K	t_a	K	t_a	K	t_a	K
20,0	0,899	23,0	0,958	26,0	1,021	29,0	1,081
2	0,903	2	0,963	2	1,025	2	1,085
4	0,907	4	0,967	4	1,029	4	1,089
6	0,911	6	0,971	6	1,034	6	1,094
8	0,915	8	0,975	8	1,037	8	1,097
21,0	0,919	24,0	0,980	27,0	1,041	30,0	1,102
2	0,924	2	0,984	2	1,046	2	1,106
4	0,927	4	0,988	4	1,049	4	1,109
6	0,931	6	0,992	6	1,052	6	1,114
8	0,936	8	0,996	8	1,055	8	1,118
22,0	0,939	25,0	1,000	28,0	1,060	31,0	1,123
2	0,943	2	1,004	2	1,063	2	1,127
4	0,947	4	1,008	4	1,068	4	1,131
6	0,951	6	1,012	6	1,072	6	1,136
8	0,955	8	1,017	8	1,076	8	1,140

Résistivité à 25°C

Résistivité à t_a X K = Résistivité à 25°C en Ω/Cm

Conductivité à 25°C

$\frac{1000}{\text{Résistivité à 25°C en } \Omega/\text{Cm}}$ = Conductivité à 25°C en mmho

Salinité équivalente

mmohs X 70 = Salinité équivalente en g/m^3

[illegible]

XV

DEBITS SOLIDES
(Turbidité)Principe

La prise d'essai de 5^{l.} ou 10^{l.} est déterminée au laboratoire par pesée des bidons pleins et vide (pesée à $\pm 2,5$ g près, soit 0,5.5 1 ‰) - mais, par suite des difficultés de transport de grandes quantités d'eau, ces prélèvements sont généralement floculés à proximité du lieu de prélèvement - La précision de mesure du volume est alors de :

$$\pm 0,250 \text{ soit } 2,5 \text{ à } 5 \% -$$

Les éléments en suspension sont floculés par addition d'une faible quantité d'acide chlorhydrique (5cc pour 10^{l.} d'eau soit environ 0,006 N) -

Après 20h. de repos la solution clarifiée est siphonnée - la partie décantée, 100 cc environ, est passée dans un becher taré, concentrée sur plaque chauffante, puis séchée à l'étuve à 105^a pendant 20h.

Après séchage le résidu est pesé sur une balance au 1/10 de mg - puis conservé pour des dosages ultérieurs -

Si des mesures doivent être effectuées

- Sur l'eau non décantée - après pesée, on laisse les bidons 24h. au repos sur la pailleasse, puis prélève avec précautions un échantillon d'un litre.
- Sur l'eau décantée - on intercale sur la tuyauterie de siphonnage un flacon de prélèvement d'un litre -

Rendement - Un manipulateur peut effectuer 20 opérations complètes par jour.

Produits et matériel nécessaires pour 1000 déterminations à cette cadence :

Produits :

5^{l.} Acide chlorhydrique
1000 Tubes plastique pour conservation des échant^{ons} séparés

Matériel :

20 Seaux plastique de 10^{l.} avec couvercles
40 Bechers de 100 cc

METHODE D'ANALYSE	E A U X
	Détermination du Débit Solide

- 1°- Apporter les échantillons au laboratoire en évitant de les agiter en route.
- 2°- Peser le bidon plein sur la balance Testut noter le poids sur la feuille d'analyse.
- 3°- Aligner les bidons sur la paillasse dans l'ordre de la feuille d'analyse.
- 4°- Pendant toutes ces opérations éviter d'agiter les échantillons.
- 5°- Préparer devant chaque échantillon = un flacon de 1^l. (avec bouchon) étiquetté comme l'échantillon
- 6°- - un seau de plastique (avec couvercle) numéroté (noter sur la feuille d'analyse le n° du seau correspondant à chaque échantillon) -
- 7°- Déboucher le 1^{er} bidon et aussitôt remplir au 1/4 le flacon de 1^l. en évitant d'agiter le liquide -
- 8°- Rincer le flacon, jeter l'eau de rinçage dans le seau correspondant, puis remplir le flacon et le boucher immédiatement.
- 9°- Opérer de la même façon pour chaque échantillon, les flacons de 1^l. sont ensuite envoyés à l'échantillonnage -
- 10°- Agiter vivement les bidons et verser chacun dans le seau correspondant à son numéro.
- 11°- Rincer 3 fois avec de l'eau distillée afin de bien entraîner dans le seau toutes les particules solides pouvant rester au fond du bidon;
- 12°- Ajouter dans chaque seau 5 cc d'acide chlorhydrique - bien agiter avec une baguette de verre que l'on retire ensuite - mettre le couvercle sur le seau et laisser reposer jusqu'au lendemain -
- 13°- Peser les bidons vides sur la balance Testut et noter le poids sur la feuille d'analyse -
- 14°- Tarer des bechers de 100 cc (séchés à l'étuve et numérotés) à la balance au mg et noter les poids sur la feuille.
- 15°- Après une nuit de repos, siphonner l'eau claire du seau avec un siphon à bout recourbé.
- 16°- Passer la totalité du dépôt dans le becher de 100 cc taré en entraînant toutes les particules d'un jet de pissette.
- 17°- Evaporer sur la plaque chauffante, à douce température jusqu'à obtenir une boue liquide - Placer alors le becher dans l'étuve à 105° et y laisser 24h.
- 18°- Peser le becher avec le résidu séché et noter le poids sur la feuille.
- 19°- Détacher le résidu du fond du becher et le passer dans un sachet de plastique préparé à son numéro. En fin de journée ces sachets sont envoyés au laboratoire de chimie.-

-+--+--+--+--

MODE DE CALCUL	E A U X
	Turbidité (Débit Solide)

I - Volume du liquide

a) échantillons décantés au laboratoire :

Poids du bidon plein (a) en Kg

- Poids du bidon vide (b) - " -

= Volume d'eau en litres

b) échantillons décantés sur le terrain :

à relever sur la feuille de demande d'analyse.

II - Poids du Résidu

Poids du becher + Résidu (d) en g

- Tare du becher en g (c)

= Poids du Résidu en g

III - Turbidité

$$\frac{\text{Poids du Résidu (en g)} \times 1000}{\text{Volume du liquide (en litres)}} = \text{Turbidité en g/m}^3$$

E A U X

Opérateur :

Commencé le :

EAUX

ORIGINE

DEBITS SOLIDES

Nbre d'Ech^{ons} :

Terminé le :

Douces Sau-
mâtres

TOGO

DAHOMÉY

N°	D é c a n t a t i o n				D é s s e c h e m e n t			R é s i d u			C a l c u l s			Transcrit le :		
Labo	Date	Poids du bidon plein Kg (a)	Prélèvement	N° Seau	Poids du bidon vide Kg (b)	Date	N° Be- cher	Tare Becher g (c)	Date	Poids Becher + Rési- du g (d)	Mise en sachet	Volume Liquide l (a - b)	Poids de Résidu g (d - c)	Turbi- dité g/m ³	Relevé d'activité :	
E-6..															OBSERVATIONS :	

E.F.-15/

4ème PARTIE

ANALYSE DES VEGETAUX

ANALYSE DES VEGETAUX

I

GENERALITES

Le laboratoire de Lomé reçoit annuellement 300 échantillons de végétaux (feuilles en général) provenant de Cotonou en presque totalité -

Sur ces échantillons nous déterminons les éléments suivants :

N total par méthode de Kjeldahl

P " par volumétrie du phospho-molybdate

Ca) par Complexométrie
Mg

K par Photométrie de flamme

les éléments traces peuvent être dosés (Cu, Pb, Zn etc...) selon les méthodes décrites en 5e partie "Méthodes Spéciales pour traces et fortes teneurs" -

Nous ne sommes pas équipés pour la préparation de ces échantillons qui nécessitent un broyeur spécial - Actuellement les préparations de ces échantillons sont effectuées à Cotonou -

Nous avons échangé nos méthodes d'analyses avec le laboratoire de Diagnostic Foliaire de BONDY - Nous avons également fait des dosages sur des échantillons remis envoyés par ce même laboratoire -

Actuellement ces analyses sont trop peu nombreuses pour que nous puissions en tirer des conclusions - Néanmoins quoi que nos méthodes soient légèrement différentes, les résultats sont dans l'ensemble, satisfaisants (sauf pour le Soufre que nous ne pouvons faire par turbidimétrie et qui donne, par gravimétrie, des résultats très divers) - Toutefois nous constatons que nos chiffres sont généralement plus faibles que ceux de BONDY - Nous n'avons encore pas eu le temps d'approfondir ce problème.

Comme pour les autres échantillons ceux-ci nous parviennent accompagnés d'une demande d'analyse où le demandeur indique d'une X les dosages demandés -

Les échantillons sont affectés d'un n° d'ordre (inscrit dans la 1e colonne) - Cette numérotation commence à 1 au début de chaque année et est précédée de la lettre V (Végétaux) et des deux derniers chiffres de l'année en cours -

Les feuilles de demandes sont classées et constituent le registre d'entrée du laboratoire -

D'après ces demandes nous établissons les diverses feuilles d'analyses par séries identiques à celles qui sont établies pour les autres échantillons.

Azote = 12 échantillons

Phosphore = 20 échantillons

Ca) = 20 échantillons
Mg)

K = 20 échantillons

Une feuille d'avancement du travail est établie et permet de suivre la marche des analyses -

Les échantillons sont séchés 24h. à l'étuve à 105° avant toute pesée.

Les résultats sont portés sur des bulletins d'analyse qui sont groupés en un registre de sortie du laboratoire -

Les feuilles d'analyses sont conservées agrafées avec la feuille d'avancement du travail et classées dans les archives sous le n° du bulletin d'analyse -

ANALYSE DE VEGETAUX

AVANCEMENT DU TRAVAIL

Nature et origine des échantillons

Nbre d'échant.

Mise en route
le :

Terminé
le :

No
Labo

37

22

P

K

Ca

Mg

T/6

S R C T S R C T S R C T S R C T S R C T S R C T S R C T S R C T

Bulletin d'analyse n° V - 6

Nbre d'échant.	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30	31	32	33	34	35	36	37	38	39	40	41	42	43	44	45	46	47	48	49	50	51	52	53	54	55	56	57	58	59	60	61	62	63	64	65	66	67	68	69	70	71	72	73	74	75	76	77	78	79	80	81	82	83	84	85	86	87	88	89	90	91	92	93	94	95	96	97	98	99	100
1	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30	31	32	33	34	35	36	37	38	39	40	41	42	43	44	45	46	47	48	49	50	51	52	53	54	55	56	57	58	59	60	61	62	63	64	65	66	67	68	69	70	71	72	73	74	75	76	77	78	79	80	81	82	83	84	85	86	87	88	89	90	91	92	93	94	95	96	97	98	99	100

Lomé, le
Le chef de laboratoire,

ANALYSE DES VEGETAUX

II

Azote Total (Méthode de Kjeldahl)

La matière organique est détruite par attaque oxydante à l'acide sulfurique - L'azote sous ses diverses formes est transformée en sulfate d'ammoniaque en présence d'un catalyseur au sélénium -

On ajoute du sulfate de potassium qui permet d'obtenir une température d'attaque plus élevée -

Un pré-traitement à l'acide salicylique évite toute perte d'azote nitrique (réduction des nitrates) -

Précision $\pm$ 0,2 ‰

Rendement - Notre équipement ne nous permet que 12 dosages par jour, mais il serait possible de doubler ce chiffre (avec un seul opérateur) en disposant d'une installation plus importante.

Produits et matériel nécessaires pour 1000 dosages à cette cadence

Produits :

Sulfate de Potassium RP	120 g
Sulfate de Cuivre RP	30 g
Sélénium pur	3 g
Acide salicylique pur	60 g
Acide sulfurique RP pour toxicologie	11 Kg
Acide borique	6 Kg
Soude caustique RP en pastilles	25 Kg
Vert de Bromocresol	0,5 g
Rouge de Méthyle	0,5 g
Alcool éthylique	0,250 ^l
Solution titrée d'acide sulfurique N/50	25 ^l
" " de Sulfate d'ammonium N/10	2,5 ^l
Charges de butane (13 Kg)	= 30 charges
Billes de verre	200 g

Matériel :

- 36 Matras de 150 cc
- 24 Entonnoirs $\varnothing$ 50 mm à longue douille
- 20 Ballons 1^l. fond rond
- 8 Toiles amiantées
- 20 Fioles cylindro-coniques de 250 cc
- 10 Barreaux aimantés de 25 x 4 mm
- 1 Pipette "précision" de 10 cc
- 1 Burette "précision" à 0 automatique de 25 cc
- 1 Rampe d'attaque à 12 postes
- 12 Becs de gaz
- 1 Appareil à distillation de 4 postes
 - comprenant : 4 ampoules à robinet de 125 cc
 - 4 raccords en T
 - 4 réfrigérants à boules
 - 4 tubes à distiller de Kjeldahl
 - 4 allonges de Kjeldahl
 - 4 becs de gaz

PREPARATION DES REACTIFS	VEGETAUX
	Azote Total

- Catalyseur

Peser dans un mortier -

{ Sulfate de Potassium 200 g
 { Sulfate de Cuivre 50 g
 { Sélénium 5 g

Broyer finement au mortier en bien mélangeant -

Mettre en flacon étiquetté "Catalyseur pour Végétaux"

- Soude 12 N

Peser 2,500 Kg de Soude pure en pastilles dans deux bechers de 5^{l.} -
 placer les bechers dans un bain refroidisseur, ajouter de l'eau
en agitant continuellement, verser 2^{l.} d'eau dans chaque becher -
 quand la solution est bien refroidie la mesurer avec une éprou-
 vette de 1^{l.} en la versant dans un flacon de verre de 6^{l.} fermé
 par un bouchon de caoutchouc ou de plastique, ajouter la quantité
 d'eau nécessaire pour compléter le volume à 5^{l.} -

- Acide borique

Peser 200 g d'acide borique, le dissoudre dans 5^{l.} d'eau chaude -

- Indicateur de Virage

Mélanger 60 cc de Solution alcoolique à 0,1 % de Ver de Bromocresol
 et 20 cc de rouge de Méthyle à 0,2 % dans l'alcool -

- Acide sulfurique N/50

- Sulfate d'Ammoniaque N/10

{ Voir à "Solutions titrées"

METHODE D'ANALYSE	V E G E T A U X
	Azote Méthode Kjeldahl

- Sécher la poudre végétale 24^h à l'étuve à 105° ..
- Peser 250 mg de poudre séchée et la placer dans un erlen de 150 cc
- Ajouter une petite mesure (50mg) d'acide salicylique, et 6 billes de verre -
- Agiter le matras pour bien mélanger l'échantillon et l'acide salicylique -
- Ajouter 5 cc d'acide sulfurique RP pour Toxicologie
- Boucher les matras avec un entonnoir à longue tige
- Laisser reposer une nuit -
- Ajouter 125 mg de "Catalyseur pour Végétaux" (une mesure)
- Bien agiter pour mélanger
- Chauffer lentement sur la rampe pendant 1/2 h. -
- Augmenter ensuite le chauffage au maximum mais en évitant que les vapeurs blanches sulfuriques atteignent le haut du col du matras -
- Maintenir l'attaque jusqu'à ce que le résidu soit parfaitement blanc (en général 2 h.) - quand ce résultat est atteint chauffer encore pendant 1/2 h. -
- Laisser refroidir
- Avec chaque série de dosage faire un témoin en plaçant dans un matras 10 cc de Sulfate d'Ammonium N/10 exactement mesurés, acide Soliglique, Sulfurique, et catalyseur comme dans les échantillons -

II - Déplacement

- Retirer l'entonnoir du col du matras après l'avoir rincé d'un jet de pissette.
- Rincer les parois du matras et agiter pour diluer la solution d'attaque.
- Transvaser l'ensemble dans le ballon à distiller que l'on place sur son support.

Bien fixer le bouchon avec la tubulure de départ -

- Placer sous le tube de dégagement une fiole cylindro-conique où l'on a introduit 25 cc d'acide borique.
- On a placé sous la fiole où est reçu le distillat plusieurs cales en bois de 1 cm d'épaisseur chacune - à mesure que la distillation se poursuit on retire ces cales une à une de façon que l'extrémité du tube à dégagement plonge toujours de 1 cm environ dans le liquide distillé -
- Introduire dans le ballon à distiller 40 cc de Soude 12 N
- Porter à ébullition et distiller jusqu'à avoir un volume de 75 cc environ dans la fiole cylindro-conique -

III - Dosage

- Ajouter 4 gouttes d'indicateur de virage et titrer avec acide sulfurique N/50 jusqu'à virage du vert au rouge -

V.M. 7

CALCUL DES ANALYSES	VEGETAUX
	Azote Méthode Kjeldahl

- Si on a utilisé l'Acide sulfurique N/50

$$N = \frac{n^{\circ\circ} \times 0.0280}{P.E. \text{ en g}} = N \text{ } \circ/\circ$$

- Si on a utilisé l'Acide sulfurique N/10

$$N = \frac{n^{\circ\circ} \times 0.140}{P.E. \text{ en g}} = N \text{ } \circ/\circ$$

Terminé le :

Série :

OBSERVATIONS :

Dosage

V-6..

dre

but

CC

lique

V.F.-7

ANALYSE DES VEGETAUX

III

Phosphore total

Principe

La matière organique est détruite par oxydation à l'acide nitrique -

On parfait cette destruction par une attaque sulfurique en s'arrêtant aux premières fumées blanches - de cette façon on insolubilise la majeure partie de la silice (qui gênerait) et ne risque pas de perte d'ion phosphorique (qui est déplacé par l'attaque sulfurique et pourrait être volatilisé car son point d'ébullition est proche de celui de l'acide sulfurique) -

Le phosphomolybdate est précipité en suivant très exactement la méthode donnée -

Malgré toutes les précautions prises la formule du précipité obtenu est incertaine mais la grande quantité de Soude consommée (26 NaOH pour 1 P) compense cette incertitude -

Après repos de 20h. le précipité est filtré, lavé de toutes traces d'acide, dissous par une quantité connue de Soude dont on dose l'excès -

Le papier consomme une certaine quantité de Soude que l'on évalue en faisant un essai à blanc dans les mêmes conditions de durée et d'alcalinité -

On ajoute du formol qui forme avec l'ammoniaque de l'hexaméthylène tétramine, ce qui l'empêche de consommer de l'acide sulfurique -

Précision $\pm 0,01 \text{ } \text{‰}$ de P

Rendement - Un opérateur peut effectuer 10 dosages par jour.

Produits et matériel nécessaire pour 1000 dosages à cette cadence -

Produits :

Acide sulfurique	10 Kg
Acide nitrique RP	58 Kg
Ammoniaque RP	25 Kg
Molybdate d'ammonium RP	3 Kg
Nitrate de Potassium RP	2 Kg
Papier indicateur pH 4,5 à 7,5 = 30 m	5 rouleaux
Phenolphthaléine	1 g
Alcool éthylique 90 ^a	0,2 ^{l.}
Fer pur	5 g
Papier filtre ordinaire plissé ø 150	1200
Papier filtre sans cendres, "bleu" plat ø 125	1200
Solution titrée de Soude N/10	25 ^{l.}
Solution titrée d'acide sulfurique N/10	20 ^{l.}
Formol	11 ^{l.}

Matériel :

30 Bechers de 250 cc forme basse
20 Entonnoirs ø 70 mm
20 Ballons jaugés de 250 cc
11 Bechers de 400 cc forme haute
20 Verres de montre ø 80 mm
3 Eprouvettes de 25 cc
1 " de 150 cc
1 Pipette de 100 cc
1 " de 20 cc
1 Burette de 25 cc au 1/20 à 0 automatique
21 Agitateurs verre
1 Agitateur à bout caoutchouc

P total
par précipitation
et du titrage du
phosphomolybdate

Acide sulfurique au 1/2 fabriqué à partir d'acide RP

Solution de molybdate d'ammonium

- Peser 100 g de molybdate d'ammonium RP dans un becher de 500 cc recouvert d'un verre de montre -
- Ajouter 100 cc d'ammoniaque RP - agiter jusqu'à dissolution -
- Passer un flacon de 1^{l.} et compléter avec de l'eau permutée
- Conserver en flacon de verre jaune -
- Si à la longue, un dépôt blanc-jaunâtre se formait la solution ne serait plus bonne, il faudrait la jeter -

Acide nitrique RP au 1/2

Soude N/10

Acide sulfurique N/10

Voir à "Solutions titrées"

Solution de Nitrate de Fer

Dissoudre 5 g de fer dans le minimum d'acide nitrique (plus quelques cm³ d'eau) opérer sous une hotte bien ventilée - quand l'attaque est terminée compléter le volume à 100 cc avec de l'eau permutée -

Solution de lavage "acide"

- Faire dissoudre 10 g de nitrate de Potassium RP dans 500 cc environ d'eau permutée -
- Ajouter 20 cc d'acide nitrique RP
- Compléter le volume à 1^{l.}

Solution de lavage "neutre"

- Faire dissoudre 10 g de nitrate de Potassium RP dans 1^{l.} d'eau permutée -

Formol neutralisé

- Prendre 500 cc de formol (aldéhyde formique pur) dans un becher de 800 cc - ajouter 10 gouttes de phenolphtaléine -

La solution prend une teinte rose -

- Verser goutte à goutte (avec la burette) de l'acide sulfurique N/10 jusqu'à disparition de la teinte rose -

METHODE D'ANALYSE	V E G E T A U X
	P total (précipitation du phosphomolybdate)

- Sécher l'échantillon 24h. à l'étuve réglée à 105° -
- Peser 3 g de matière végétale dans un becher de 250 attaquer par 10 cc d'acide nitrique et 10 cc d'acide sulfurique au 1/2 - Laisser 1/4 d'heure à froid puis chauffer progressivement sur le bain sable - dès que les vapeurs rouge orangé ont disparu chauffer plus fort jusqu'à apparition dans toutes premières vapeurs blanches sulfuriques -
- Descendre le becher du bain sable - Laisser refroidir - Ajouter 5 cc d'acide nitrique et attaquer comme précédemment - Après cette 2e opération les matières organiques doivent être entièrement détruites et la solution doit être incolore ou blanche -
- Si les matières organiques n'étaient pas entièrement détruites faire une ou plusieurs attaques nitriques supplémentaires jusqu'à obtenir un résidu incolore ou blanc -
- Reprendre alors la solution avec 50 cc d'eau - tiédir au bain sable pour dissoudre les sels solubles - passer la solution avec le résidu dans un ballons jaugé de 150 cc - laisser refroidir -
- Quand la solution est bien froide compléter, avec de l'eau, le volume au trait de jauge, bien agiter -
- Préparer bechers et entonnoirs bien secs, garnis de papier courant plissé.
- Verser la solution sur filtre -
- Jeter les premiers 10 cc de solution passée -
- Continuer de filtrer jusqu'à ce que 120 cc environ soient passés -
- Ne pas laver
- Prélever, avec un ballon jaugé ou une pipette, 100 cc de solution filtrée, les passer dans un becher de 400 cc forme haute.
- Ajouter 3 gouttes de solution de Nitrate de fer
- Ajouter ammoniaque concentrée, goutte à goutte, en agitant, jusqu'à formation d'un précipité d'hydroxyde.
- Ajouter acide nitrique au 1/2 goutte à goutte jusqu'à redissolution du pté
- Ajouter alors 25 cc de solution de Molybdate d'ammonium, aussitôt après 25 cc d'acide nitrique au 1/2, bien agiter avec un agitateur garni d'un bout de caoutchouc, en frottant énergiquement les parois du becher - retirer l'agitateur, couvrir d'un verre de montre, laisser reposer 20h. sur le dessus de l'étuve (à l'extérieur) de façon à maintenir à douce température -
- Après repos filtrer sur papier plat (bande bleue,) -
- Laver le becher et le conserver, avec son agitateur, devant l'entonnoir
- Laver 3 fois avec une solution Nitrique, de Nitrate de Potassium (solution acide).

- Laver ensuite avec une solution de Nitrate de Potassium (solution neutre), jusqu'à ce que la solution s'écoulant de l'entonnoir ne soit plus acide, ce que l'on vérifie par des touches au papier indicateur.
- Ajouter un becher "Blanc" à ceux qui ont servi à la précipitation, y placer un papier filtre identique à ceux qui ont servi à la filtration du précipité de phosphomolybdate.
- Placer dans chacun des bechers, le papier filtre correspondant, puis 25 cc d'eau mesurés avec une éprouvette -
- Préparer une burette contenant de l'acide sulfurique N/10
- Placer dans un becher propre 20 cc de Soude N/10 175 cc d'eau, ajouter 3 gouttes de phenolphthaléine et titrer à l'acide sulfurique jusqu'à disparition de la teinte rose - cela donne le 1er chiffre = titre de la solution de Soude à porter sur la feuille d'analyse -
- Dans le becher contenant le papier filtre "Blanc" ajouter 20 cc de Soude N/10 avec la même pipette, avec l'agitateur déchiqueter ce papier et agiter vigoureusement de façon que la durée totale de contact de la Soude avec le papier soit de 5 secondes environ - ajouter ensuite 150 cc d'eau, + 100 cc de Formol neutralisé - 3 gouttes de phénolphthaléine et titrer avec l'acide sulfurique N/10 jusqu'à disparition de la teinte rose - ce qui donnera le 2e chiffre à porter sur la feuille d'analyse = blanc.
- Opérer ensuite avec les filtres d'analyse exactement de la même façon que pour le "blanc" -

Bien noter sur la feuille d'analyse

- La prise d'essai, en g -
- Le volume de solution fait (150 cc en général)
- Le prélèvement (100 cc en général)
- La quantité de Soude N/10
- Le volume d'acide sulfurique N/10 utilisé -

V.M.-11

CALCUL DES ANALYSES

V E G E T A U X

Phosphore par Précipitation
et Volumétrie du Phospho -
Molybdate

$$1^a : (2) - (4) = A$$

(SO_4H^2 N/10) (blanc)

$$2^a : (4) - (2) = B$$

(Titre NaOH)

$$3^a : B \times 0,118 = C$$

$$4^a : C \times \frac{\text{Vol. Attaque en cc}}{\text{Aliquote en cc}} = D$$

$$5^a : \frac{D}{\text{P.E. en g} \times 10} = P \%$$

Termine le :

ORIGINAL

Transcript le:

Relevé
d'activité

Série :

Dahomey

No
Labo

No
d'

Prise
d'

Vol.
Atta-

Ali-
quote

NaOH
N/10

SO⁴H⁻
N/10

2

3 2

L C

U L

5

I
A +

D A T E

TS
m:

V-6

ordre

3

CC

•

①

②

-
-

11-00000

•

11

000/

taque

tra-
:

Titre NaOH

③

Blanc

④

ANALYSE DES VEGETAUX

IV

Ca, Mg, K

Principe

Ces trois cations sont dosés sur une solution d'attaque de cendres -

Les Végétaux sont calcinés à basse température (450°) afin d'éviter la fusion des cendres - Il est nécessaire de détruire entièrement la matière organique, pour cela il est souvent nécessaire de traiter à l'acide nitrique les cendres obtenues par une 1^{re} calcination - après évaporation de l'acide on calcine à nouveau -

Les cendres sont ensuite attaquées à l'acide chlorhydrique - la solution est débarrassée du résidu insoluble, puis sur des aliquotes on dose :

<u>Ca</u>		par Complexométrie en appliquant strictement la méthode décrite pour ces dosages dans les eaux - (V. p. 55, 56, 58 et 59 de ce Volume)
<u>Mg</u>		

<u>K</u>		est dosé par Photométrie de flamme selon la méthode décrite pour le dosage de cet élément dans les eaux (V. p. 63 à 65 de ce Volume) - n'ayant pas d'interférences à craindre (ni par Na, ni par Ca) nous utilisons les solutions étalons et les courbes K1 et K2 -

<u>Précision</u> -	Ca	±	0,03 ‰
	Mg	±	0,02 ‰
	K	±	0,004 ‰

Rendement - Un opérateur peut chaque jour effectuer 20 mises en solution (calcination, attaque, filtration) les dosages sont faits à la cadence normale

soit :

- Ca et Mg 30 dosages par jour (30 Ca et 30 Mg)
- K 70

Produits et matériel nécessaires pour 1000 échantillons à cette cadence -

Produits :

- 500 g Bichromate de Sodium technique
- 20 Kg Acide sulfurique concentré technique
- 3 Kg Acide nitrique RP
- 30 Kg Acide chlorhydrique RP
- 175 g Complexon (EDTA)
- 1 Kg Chlorure d'Ammonium RP
- 16¹. Ammoniaque RP
- 16¹. Triéthanolamine
- 2,5 Kg Sulfate ferreux technique
- 0,6 Kg Cyanure de Potassium RP
- 0,2 Kg Potasse caustique RP
- 0,23Kg Chlorure de Sodium RP
- 1,2 g Noir ériochrome T
- 1100 Papiers filtre bande bleue, plats, ϕ 125 mm
- 2 g Réactif de Patton et Reeder
- 30 m Papier indicateur pH 9,5 à 13
- 30 m Papier indicateur pH 6,5 à 10
- 3¹. Solutions étalons (K1 et K2)
- 1,5 Charges d'oxygène
- 1 Bouteille de butane

Matériel :

- 60 Capsules de quartz ϕ 68 mm plates, à bec
- 40 Bechers de 100 cc forme basse, à bec
- 5 Agitateurs avec policeman
- 20 Entonnoirs tige courte ϕ 70 mm
- 60 Ballons jaugés de 200 cc
- 60 Bouchons caoutchouc n°12,5
- 80 Bechers de 10 cc pour Photomètre de flamme "Coleman"
- 100 Fioles cylindro-coniques de 250 cc
- 10 Barreaux aimantés
- 1 Burette automatique de 20
- 3 Doseurs Héron de 2 x 5 cc
- 1 " " de 2 x 10 cc
- 1 Pipette de 50 cc
- 1 Eprouvette graduée, à fond et à bec de 5 cc

V.M.-3

NETTOYAGE DES CAPSULES DE QUARTZ	VEGETAUX
	Ca, Mg, K

Placer dans un becher de 2^{l.} 50 g de Bichromate de Sodium, puis verser 1^{l.} d'acide sulfurique concentré (utiliser pour cela l'acide sale à demander au magasin) agiter avec une tige de verre en faisant bien attention à ne pas recevoir la moindre goutte de mélange sulfochromique qui est très dangereux - placer les capsules dans le becher en les faisant aller au fond à l'aide de la baguette de verre - chauffer toute une journée sur le bain sable - laisser refroidir - décanté le sulfochromique dans un autre becher avec beaucoup de précautions à l'aide d'une baguette de verre faire passer les capsules dans un becher vide - puis remettre le sulfo-chromique dans le 1^{er} becher en y laissant le résidu orangé -

Conserver le mélange qui peut servir tant qu'il reste de couleur marron - noire - lorsqu'il devient vert foncé il n'est plus bon et on peut le jeter.

Les capsules sont alors lavées abondamment à l'eau courante, puis à l'eau distillée et ensuite mises à sécher à l'étuve -

METHODE D'ANALYSE	V E G E T A U X
Ca, Mg, K	

- Sécher le produit 24h. à l'étuve réglée à 105°

I - Calcination

- Peser 5 g dans une capsule de quartz nettoyée parfaitement (comme il est indiqué dans la fiche "nettoyage des capsules de quartz) - et placer à l'avant d'un four à moufle froid - (bien nettoyé au préalable) - augmenter progressivement la température jusqu'à 450° en laissant la porte du moufle entr'ouverte -

Quand la matière organique a cessé de brûler pousser la capsule au centre du moufle, fermer un peu plus la porte, en la laissant tout de même suffisamment entr'ouverte pour que l'air puisse entrer dans le moufle, et maintenir 4h. à 450° - éteindre le moufle, sortir la capsule avec beaucoup de précautions (s'assurer au préalable que les ventilateurs du laboratoire sont arrêtés car les cendres contenues dans la capsule risqueraient de s'envoler) - la capsule est placée dans un dessiccateur et on la laisse refroidir -

Si les cendres sont noires ou gris très foncé -

Ajouter dans la capsule refroidie 1 cc d'acide nitrique - agiter doucement et évaporer à sec avec beaucoup de précautions, sur le bain sable - quand on est bien à sec, placer à nouveau dans le four à moufle et chauffer à 450° - si nécessaire répéter l'opération une 2e fois pour obtenir des cendres blanches -

II - Attaque

- Reprendre les cendres par quelques gouttes d'acide chlorhydrique, chauffer un peu si nécessaire sur le bain de sable et passer la solution dans un becher de 100 cc - ajouter une 2e fois de l'acide chlorhydrique (2 à 3 cc) dans la capsule, chauffer, passer dans le becher, opérer une 3e fois si nécessaire - à la dernière opération bien frotter l'intérieur de la capsule avec un agitateur garni d'un bout de caoutchouc, bien rincer avec une pissette d'eau distillée et passer le tout dans le becher de 100 cc -
Evaporer à sec le contenu du becher -
- Reprendre par 20 cc d'acide chlorhydrique à 10 % - chauffer au bain sable - quand tout est bien redissout filtrer sur papier bande bleue - Laver 5 fois avec de l'acide chlorhydrique à 10 % chaud - les solutions de filtration et lavage sont recueillies dans un ballon jaugé de 200 cc.

III - Dosages de Ca, Mg, K

- Prendre des aliquotes de 50 cc de la solution filtrée pour les dosages de Ca et Mg par Complexométrie selon la méthode habituelle. (Voir pages 55, 56, 58 et 59 de ce Volume - la préparation des réactifs et le mode de dosage) -
- Sur une portion de solution déterminer K par Photométrie de Flamme selon la méthode habituelle. - (Voir pages 63 à 65 de ce Volume - utiliser les courbes K1 ou K2) -

Ca - Mg
par Complexométrie

$$\text{Ca} \quad \frac{n^{\text{cc}} \text{ Complexon (a)} \times 0,4 \times \text{Vol. Sol}^{\text{on}} \text{ en cc}}{\text{P.E. en cc} \times \text{Poids mat.attaquée en g} \times 10} = \text{Ca} \%$$

Mg Si la P.E. pour Ca + Mg est la même que pour Ca

$$\text{I} - n^{\text{cc}} \text{ Complexon pour Ca + Mg (b)} - n^{\text{cc}} \text{ Complexon pour Ca (a)} = c^{\text{cc}}$$

$$\text{II} - \frac{c^{\text{cc}} \times 0,24 \times \text{Vol. Sol}^{\text{on}} \text{ en cc}}{\text{P.E. en cc} \times \text{Poids mat.attaquée en g} \times 10} = \text{Mg} \%$$

Si la P.E. pour Ca + Mg est différente de la P.E. pour Ca

$$\frac{n^{\text{cc}} \text{ Complexon pour Ca + Mg} \times \text{P.E. pour Ca en cc}}{\text{P.E. pour Ca + Mg en cc}} = (b)$$

Faire ensuite les calculs comme ci-dessus.

Prendre le tableau correspondant à la courbe indiquée sur la feuille d'analyse (K1 ou K2) -

S'il n'y a pas eu de dilution

$$\frac{\gamma/\text{cc indiqués par le tableau X Vol.Sol}^{\text{on}} \text{ d'attaque (en cc)}}{\text{P. E. en g X 10.000}} = K \%$$

S'il y a eu dilution

$$\text{I} = \frac{\gamma/\text{cc indiqués par le tableau X Vol.dilution en cc}}{\text{Volume aliquote en cc}} = \gamma/\text{cc dans Sol}^{\text{on}} \text{ d'attaque}$$

$$\text{II} = \frac{\gamma/\text{cc dans Sol}^{\text{on}} \text{ d'attaque X Vol.Sol}^{\text{on}} \text{ d'attaque (en cc)}}{\text{P. E. en g X 10.000}} = K \%$$

UNITES
DIZAINES

	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9
0		0,04	0,12	0,20	0,28	0,36	0,44	0,52	0,64	0,72
1	0,80	0,88	0,96	1,04	1,12	1,24	1,32	1,40	1,52	1,60
2	1,72	1,80	1,88	2,00	2,08	2,20	2,28	2,36	2,48	2,56
3	2,68	2,76	2,80	2,90	3,08	3,20	3,32	3,40	3,52	3,60
4	3,72	3,84	3,92	4,04	4,12	4,24	4,32	4,44	4,56	4,64
5	4,76	4,84	4,96	5,08	5,16	5,28	5,40	5,48	5,60	5,72
6	5,80	5,92	6,04	6,12	6,24	6,32	6,44	6,52	6,64	6,76
7	6,84	6,96	7,04	7,16	7,28	7,40	7,48	7,60	7,68	7,80
8	7,92	8,04	8,12	8,24	8,36	8,44	8,56	8,64	8,76	8,88
9	8,96	9,08	9,20	9,28	9,40	9,52	9,60	9,72	9,80	9,92
10	10,0									

Photométrie
de flamme
K

Courbe N°1

0 = eau dis-
tillée

100 = 100%/cc K

Janvier 66

EMM-33

Unités Ci- saines	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9
0		0,50	0,75	1,00	1,25	1,75	2,00	2,25	2,50	2,75
1	3,00	3,50	3,75	4,00	4,50	4,75	5,25	5,50	5,75	6,25
2	6,50	7,00	7,25	7,75	8,00	8,50	8,75	9,25	9,50	10,00
3	10,25	10,75	11,00	11,50	12,00	12,25	12,75	13,25	13,50	14,00
4	14,50	14,75	15,25	15,75	16,00	16,50	17,00	17,50	18,00	18,50
5	19,00	19,25	19,75	20,25	20,75	21,25	21,75	22,50	22,75	23,25
6	23,75	24,25	24,75	25,50	26,00	26,50	27,00	27,50	28,00	28,75
7	29,25	29,75	30,25	31,00	31,50	32,00	32,50	33,00	33,75	34,25
8	35,00	35,50	36,00	36,75	37,50	38,25	38,75	39,25	40,00	40,75
9	41,50	42,25	43,00	43,75	44,50	45,50	46,25	47,00	48,00	49,00
10	50,00									

Photométrie
de Flamme

K

0 à 50 Y/cc
de K

Courbe n°2

0 = eau distillée
100 ± 50 Y/cc K

++++

E.M.-42/

E.M.-42

Terminé le :

Série :

Dahomey

Calculus

1

1

OBSERVATIONS :

V.F.-8

ANALYSE DES VEGETAUX

V

Soufre Total (par Gravimétrie du $\text{SO}_4^{4-}\text{Ba}$)

Principe

Par attaque oxydante par le mélange acide nitrique - chlorate de Potasse, le Soufre, quelle que soit la forme sous laquelle il existe passe à l'état de SO_4^{4-} , puis est précipité sous forme de $\text{SO}_4^{4-}\text{Ba}$ qui est séparé et pesé -

On doit prendre de grandes précautions lors de l'attaque car ClO_3K est un oxydant violent -

L'inconvénient de la méthode est la solubilité de $\text{SO}_4^{4-}\text{Ba}$ dans l'acide chlorhydrique dilué (10 mg de $\text{SO}_4^{4-}\text{Ba}$ pour 100 cc d'HCl à 10 %) qui fausse les résultats pour les faibles teneurs - nous tentons d'y pallier :

- en prenant une prise d'essai importante de façon à obtenir un précipité important.
- en opérant la précipitation sur un volume réduit (inférieur à 100 cc)
- en filtrant et lavant à froid (la solubilité de $\text{SO}_4^{4-}\text{Ba}$ est alors un peu réduite)

Comme les teneurs en fer sont réduites nous ne craignons pas une surcharge due à l'adsorption du Chlorure ferrique par le précipité, (ce qui se produit dans ces conditions avec des quantités de fer importantes) -

Précision $\pm 0,015 \%$ de S

Rendement - Un opérateur peut effectuer 20 dosages/jour -

Produits et matériel nécessaires pour 1000 dosages à cette cadence -

Produits :

Chlorate de Potassium RP	0,600 Kg
Acide nitrique RP	32 Kg
Acide chlorhydrique RP	43 Kg
Chlorure de Baryum	1,5 Kg
Papier filtre sans cendres, bande bleue, ϕ 125 mm	= 2.500

Matériel :

42	Bechers forme basse de 250 cc
42	Verres de montre ϕ 80 mm
42	Bechers de 400 cc forme basse
21	Verres de montre ϕ 100 mm
70	Agitateurs verre
2	Eprouvettes de 20 cc
1	Pipette de 10 cc
42	Entonnoirs tige courte ϕ 70 mm
42	Nacelles quartz forme rectangulaire 45 X 35 X 15

Sécher le produit 24h. à l'étuve réglée à 105°

I - Attaque

Peser 5g dans un becher de 250cc - mouiller avec environ 1cc d'eau, ajouter 0,5g environ de chlorate de potasse et 20cc d'acide nitrique - couvrir d'un verre de montre et laisser attaquer à froid pendant 1h. - chauffer ensuite très lentement jusqu'à destruction de la matière organique - si nécessaire rajouter de l'acide nitrique - quand la matière organique est détruite, enlever le verre de montre après l'avoir rincé d'un jet de pissette, et chauffer jusqu'à consistance sirupeuse, ne pas aller à sec -

Prendre avec précautions par 20cc d'acide chlorhydrique, chauffer quelques minutes pour tout redissoudre - filtrer le résidu éventuel sur papier bleu, laver avec acide chlorhydrique à 5% -

II - Précipitation

Porter la solution de filtration à ébullition - ajouter alors goutte à goutte, avec une pipette, 10cc de solution de chlorure de baryum à 10%, de façon à ne pas arrêter l'ébullition - laisser encore bouillir 5 minutes - couvrir d'un verre de montre et laisser bien refroidir - filtrer ensuite sur papier filtre sans cendres, à bande bleue, plissé - Laver 10 fois avec de l'acide chlorhydrique à 5%, froid -

Ajouter alors 2 cc de chlorure de baryum à 10% dans la solution filtrée - si la solution reste claire on peut la jeter - si on avait la louche blanc il faudrait faire bouillir la solution, ajouter encore 20cc de chlorure de baryum - filtrer, laver - le papier filtre serait alors joint au 1e pour la calcination.

Placer le papier filtre dans une capsule tarée, sécher à l'étuve puis calciner à 800° - laisser refroidir dans un dessiccateur et peser la capsule + le précipité -

Faire avec chaque Série un essai à blanc en plaçant dans un becher de 250 les mêmes quantités de réactifs depuis le début de l'analyse.-

V.M.-6

CALCUL DES ANALYSES

V E G E T A U X

S Total

- 1 - Poids capsule + Précipité
→
Poids capsule vide

= Poids SO^4Ba en g
- 2 - Poids SO^4Ba en g X 1000 → Poids en mg
- 3 - Soustraire du SO^4Ba des échantillons celui du Blanc -
- 4 - Poids SO^4Ba en mg X 0,1374 = S en mg
- 5 - $\frac{\text{Poids S mg}}{\text{P.E. en g} \times 10} = \text{S } \%$

Terminé 12 8

Série :

Pescée du
Préci-
nité

Precipité SO_4^{4-}

V.F.-A.

5ème PARTIE

METHODES SPECIALES POUR
TRACES
OU FORTES TENEURS

Les méthodes **dé**crites dans ce recueil, qu'il s'agisse

- de Sols
- d'Eaux
- de Végétaux

ont été choisies en vue du dosage d'éléments courants, aux teneurs habituellement rencontrées -

Nous avons cru bon de signaler ici quelques méthodes permettant

- les dosages de traces d'éléments rarement demandés.
- le dosage d'éléments courants, pour lesquels les méthodes habituelles ne conviennent pas,
 - soit, en raison de leur teneur élevée
 - soit, à cause de la présence d'ions gênants.

Ces méthodes n'ont été jusqu'ici que très rarement appliquées à Lomé, mais nous les connaissons bien pour les avoir souvent pratiquées ailleurs - N'étant pas destinées à un travail courant elles n'ont pas été normalisées comme celles qui sont décrites dans les 3 premières parties de ce recueil.

Nous avons réuni dans ce chapitre :

I	-	Dosage de traces de Cobalt
II	-	de Chrome
III	-	de Cuivre
IV	-	de Molybdène
V	-	de Plomb
VI	-	de Zinc
VII	-	Dosage d'alumine par "décomplexométrie"
VIII	-	" " en présence de quantités importantes de Phosphore.
IX	-	" " en présence de quantités importantes de Fer.
X	-	Dosage de fortes teneurs de Phosphore
XI	-	Dosage de teneurs importantes de Titane
XII	-	Attaque de certains échantillons fortement aluminieux
XIII	-	Détermination du Quartz en présence de Silicates

CCI-ALT

Colorimétrie par le Nitroso sel R

Principe

Le nitroso sel R (1-nitroso-2-naphtol-3, 6-disulfonate de Sodium) donne avec les ions cobalt une coloration "capucine" -

Cette coloration s'accroît avec le temps pour atteindre son maximum après 4h. de contact.

Ions gênants

Le cuivre ne gêne pas, jusqu'à 10 fois plus que de cobalt - pour des teneurs plus importantes il donne une coloration brune qui masque la teinte du cobalt - dans ce cas, on peut se débarrasser du Cu en le faisant cémenter sur un fil de zinc après avoir mis tous les réactifs.

Le fer en quantité très importante empêche le développement de la coloration, on peut le séparer par précipitation à l'oxyde de Zinc - lorsqu'il est en moindre quantité l'addition de fluorure de Sodium suffit -

L'ion SO_4^{4-} paraît gêner le développement de la coloration -

Réactifs nécessaires

Acide chlorhydrique
Acide nitrique
Eau oxygénée à 10 Volumes
Acétate de Soude (250 g/litre + 15 cc acide acétique pur)
Fluorure de Sodium en solution à 5 %
Nitroso sel R - Solution à 0,1 % dans l'eau

Mode opératoire

- Peser 1 g de matière
- Attaquer, selon la nature de l'échantillon, par HCl, NO^3H ou en régale -
- Quand l'attaque est terminée passer en fiole jaugée de 50 cc - faire volume -
- Filtrer sur sec et prélever une aliquote de 1 à 10 cc selon teneur présumée -
- Oxyder par 1 cc d'eau oxygénée à 10 Vol.
- Ajouter 5 cc de solution d'acétate
- Le fer développe alors une coloration rouge-brun que l'on fait disparaître par addition de fluorure de Sodium - (il peut se produire alors un trouble, ne pas s'en inquiéter) -
- Ajouter 3 cc de Nitroso sel R - une coloration "Capucine" se développe aussitôt en présence de Co
- Ajouter 1,5 cc d'HCl la solution doit alors être limpide - faire volume à 50 cc - confectionner en même temps une gamme avec les mêmes réactifs et contenant, 0, 2, 5, 10, 15, 20, 25, 30, 35, 40 et 50 γ de Co
- Laisser reposer 4h. - comparer les teintes.

II

CHROME

Colorimétrie à la Diphenylcarbazide
(méthode G.A. Wood and R.E Stanton - Department
of Geologie - Imperial College of Science
and Technology - London.)

Principe

La diphenylcarbazide donne une couleur rouge violacée avec le bichromate en solution faiblement acide. La réaction est très sensible : (0,2 ppm. détectable en solution).

Interférence avec les autres ions

La majorité des métaux lourds réagissent aussi avec la diphenylcarbazide, comme la plupart sont éliminés du filtrat, les seules interférences possibles sont le Molybdène et le Vanadium.

Le Molybdène donne avec le réactif une couleur violette, mais la réaction est très peu sensible. Pour qu'il y ait interférence, il faudrait que la concentration en molybdène fût égale à 500 fois celle du chrome.

Le Vanadium, qui donne avec la diphenylcarbazide une coloration jaune, présente un problème plus difficile à résoudre.

Son effet peut être en partie inhibé par addition d'acide phosphorique, la lecture n'étant faite que 10 à 15 minutes plus tard. Selon SANDELL, la détermination du Cr au photomètre est encore possible, dans ces conditions, avec $V \% = Cr \% \times 50$.

Des expériences en vue de voir la tolérance possible de Vanadium en lecture par comparaison visuelle, ont montré aux auteurs que :

En présence de PO_4H_3 , il n'y a pas d'interférence pour $V \% = Cr \% \times 20$, si la solution est mise à reposer 15 minutes avant la lecture. Si on laisse reposer 30 minutes, on peut tolérer $V \% = Cr \% \times 30$ - Les concentrations plus élevées en vanadium tendent à donner des lectures faibles.

On a trouvé que l'EDTA supprime également l'interférence du vanadium. La tolérance est moins grande que pour le PO_4H_3 , mais les couleurs obtenues sont pures (après attente de 10 minutes) jusqu'à concentration de $V \% = Cr \% \times 20$. Pour des concentrations plus fortes ; (de 20 à 50) les lectures tendent à être faibles (teinte brunâtre).

Stabilité du complexe à la diphenylcarbazide

La couleur est en pratique stable durant une journée de travail, mais il n'est pas recommandable de différer les comparaisons dès que la gamme est prête. Donc les standards seront préparés chaque jour, et les lectures faites en série.

Les teintes s'altèrent plus rapidement à la lumière. Le degré d'acidité de la solution joue un rôle sur l'intensité du complexe, le peroxyde de sodium en excès, libérant H_2O_2 , peut aussi fausser les résultats.

Mode opératoire

- Peser 1 g de Sol dans un creuset de nickel
- Calciner 5 minutes
- Ajouter 1 g de Soude caustique (10 pastilles)
1 g de peroxyde de Sodium
- Chauffer avec précautions sur un bec de gaz jusqu'à fusion, puis au rouge jusqu'à obtenir une fusion bien fluide -
- Laisser refroidir
- Reprendre par 10 cc d'alcool éthylique à 10 % - (gratter le fond du creuset avec un agitateur pour faciliter la dissolution)
- Porter à ébullition pour détruire l'eau oxygénée formée -
- Passer en ballon jaugé de 50 cc - bien agiter - puis laisser décanter jusqu'à ce que le liquide surhageant soit bien limpide -
- Dans un tube à essai jaugé à 10 cc pipeter 2 cc du filtrat de chrome alcalin.
- Acidifier à peine, avec ClH au 1/2
On peut prendre comme test du pH le précipité d' $\text{Al}(\text{OH})_3$, qui doit juste se redissoudre. Si la concentration en Al est trop faible pour servir d'indicateur employer quelques gouttes de phénolphthaléine à 0,1 % dans l'alcool.
- Faire bouillir quelques secondes (élimination de H_2O_2)
- Ajouter 2 cc d'EDTA (sel disodique) en solution à 0,5 % dans ClH 2N
- Ajouter 1 cc de la solution de diphénylcarbazide (0,2 %)
- Diluer à 10 cc (trait de jauge) avec de l'eau
- Boucher, agiter, laisser reposer 10 minutes.
- Comparer aux standards.
- Recommencer sur une aliquote plus faible si la teinte est trop élevée.

Préparation des standards

- Dans une fiole jaugée de 50 cc, pipeter 5 cc de la solution-mère à 1000 gammas/cc et diluer au trait de jauge avec de l'eau.
On a ainsi une solution à 100 gammas/cc de chrome
- Pipeter 1 cc de cette solution dans une fiole jaugée de 100 cc, et compléter au trait de jauge avec de l'eau = solution à 1 gamma/cc
Ces deux solutions doivent être préparées fraîchement chaque jour.
- De la solution à 1 gamma/cc, pipeter dans des tubes jaugés à 10 cc
0,0 - 0,25 - 0,5 - 1,0 - 1,5 - 2,0 - 2,5 - 3,0 - 3,5 - 4,0 - 5,0 cc
- Ajouter 2 cc de la solution d'EDTA
- Puis 1 cc de la solution de diphénylcarbazide
- Diluer à 10 cc avec de l'eau,
- Boucher, agiter, laisser reposer 10 minutes
- L'échelle des Standards est prête.

III

CUIVRE

Colorimétrie à la Cuproïne (Diquinolyle 2-2)

Principe

Le cuivre réduit par le Chlorhydrate d'Hydroxylamine, donne un complexe pourpre avec la cuproïne - ce complexe est extrait à l'alcool isoamylique - la solution doit être à pH voisin de 7 -

Réactifs

Cuproïne : Peser 200 mg dans becher, ajouter de l'alcool isoamylique et chauffer au bain-marie pour dissoudre. Verser dans une fiole jaugée de 1 litre et compléter au trait de jauge avec de l'alcool isoamylique.

Chlorhydrate d'Hydroxylamine : Solution aqueuse à 15 %

Acétate de Sodium : Solution aqueuse à 20 %.

Solution étalon de cuivre : Peser 196 mg de $\text{SO}_4^4\text{Cu } 5\text{H}_2\text{O}$ et compléter à 500 cc avec SO_4H^2 , I N. - Cette solution contient 100 gammas/cc. Au moment de l'emploi, faire une solution à 5 gammas/cc par dilution dans de l'eau.

Mode opératoire

- Dans un creuset de silice ϕ 35 mm, peser 0,50 g de sol séché et tamisé à 120 mesh
- Opérer un grillage de 4 à 5 minutes, pour détruire les matières organiques.
- Refroidir
- Ajouter 2,5 g de Pyrosulfate de K en poudre (broyage préalable)
- Homogénéiser avec un agitateur
- Fondre à feu doux, puis à feu moyen pendant 10 minutes

Important : parfaire la fusion en promenant la flamme du bec au-dessus de chaque creuset.

- Refroidir
- Reprendre par l'eau sur plaque chauffante
- Transvaser dans des tubes 20 x 200 jaugés à 20 cc, ajuster au trait de jauge avec de l'eau
- Homogénéiser par agitation
- Laisser décanter (il faut bien deux heures)

Prélever une aliquote (2 cc en général) contenant au plus 5 gammas de cuivre et ajouter 1 cc d'une solution aqueuse de Chlorhydrate d'Hydroxylamine à 15 % - Agiter.

Ajuster le pH de la solution à 4-5 à l'aide d'une solution aqueuse d'acétate de Sodium à 20 % - Agiter. (3cc) (2 cc si sur 1 cc P.E.) -

Ajouter ensuite exactement 1 cc d'une solution de cuproïne à 0,02 % dans l'alcool isoamylique et secouer énergiquement pendant 1 minute.

Comparer à étalons préparés de même.

Préparation de la gamme étalon

A partir de la solution à 5 gammas/cc de cuivre, pipeter dans une série de tubes 16 x 160 les quantités suivantes :

0,0 - 0,1 - 0,2 - 0,3 - 0,4 - 0,5 - 0,6 - 0,8 - 1,0 cc correspondant à
0,0 - 0,5 - 1,0 - 1,5 - 2,0 - 2,5 - 3,0 - 4,0 - 5,0 gammas de cuivre.

Compléter à 3 cc avec de l'eau déminéralisée

Ajouter successivement et en agitant après chaque addition

- 1 cc de solution de Chlorhydrate d'Hydroxylamine
- 2 cc " " d'acétate de Sodium
- 1 cc " " de cuproïne

Agiter vigoureusement pendant 1 minute

Laisser décanter

La gamme est prête pour la lecture

La stabilité de cette gamme est excellente, la variation de la teinte est inappréciable en 8 jours.

IV

MOLYBDENE

Principe

Le molybdène forme avec le dithiol un complexe vert extractible dans l'acétate d'amyle.

Réactifs

Chlorhydrate d'Hydroxylamine

Dissoudre 12,5 g de chlorhydrate d'hydroxylamine dans 500 cc de ClH 10N. Cette solution est stable 15 jours.

Solution de Dithiol à 0,5 % dans l'acétate d'amyle

Dissoudre le contenu d'une ampoule de 1 gramme de dithiol dans 200cc d'acétate d'isoamyle. Cette solution ne se conserve pas plus de 24 heures à l'abri de la lumière et à température inférieure à 10°C -

L'addition de 1 cc d'acide thioglycolique améliore sa stabilité.

Solution-étalon de molybdène (100 gammas/cc)

Dissoudre 0,126 gr de MoO_4Na^2 , $2\text{H}^2\text{O}$ dans de l'eau déminéralisée.
Compléter 500 cc -

Mode opératoire

Peser 0,5 grammes de sol séché et tamisé à 120 mesh.

Introduire dans un creuset de nickel, et ajouter 2,5 grammes du fondant suivant :

- 5 parties de CO_3Na_2
- 4 parties de ClNa
- 1 partie de NO_3K

Homogénéiser avec une spatule de nickel,

Chauffer doucement pendant 5 minutes, puis fortement pendant 10 minutes

Laisser refroidir,

Ajouter 7 cc d'eau

Laisser digérer et reprendre au bout de 48 heures.

Transvaser dans un tube 16 x 160 jaugé à 10 cc

Ajuster au trait de jauge avec de l'eau de rinçage du creuset,

Porter à très douce ébullition pendant 3 minutes de façon à homogénéiser la reprise de fusion.

Laisser refroidir et décantier.

Introduire une aliquote de 0,5 à 2 cc (selon les teneurs présumées) dans un tube 16 x 160 jaugé à 2 cc
 Compléter au trait de jauge avec de l'eau
 Ajouter 2 cc d'une solution de chlorhydrate d'hydroxylamine dans ClN 10 N
 Ajouter ensuite 1 cc d'une solution de dithiol dans l'acétate d'amyle.
 Agiter pendant 15 secondes, 5 fois en 20 minutes.
 Comparer à étalons.

Gamme-étalon

II témoins contenant 0,0 - 0,2 - 0,4 - 0,6 - 0,8 - 1,0 - 1,5, - 2,0 - 3,0 - 5,0 - 7,0 gammas de molybdène sont préparés selon le mode opératoire précédent à partir de deux solutions de molybdate de sodium à 10 et à 1 gamma/cc préparées au moment de l'emploi par dilution d'une solution - mère à 100 gammas/cc. Ces étalons sont stables 4 jours, cependant on les renouvelle chaque fois qu'il est nécessaire de refaire une solution de dithiol.

Produits nécessaires pour 1000 analyses

Carbonate de Sodium	1.250 grs
Chlorure de Sodium	1.000 "
Nitrate de Potassium	250 "
Chlorhydrate d'Hydroxylamine	50 "
Acide chlorhydrique 10 N	2.000 cc
Acétate d'Isoamyle	1.000 cc
Dithiol	5 grs
Molybdate de Sodium	0,126 grs

V

PLOMB Colorimétrie à la Dithizone

Principe

La dithizone (diphénylthiocarbazone) forme un dithizonate de plomb à pH 9,5 , en milieu Cyanuré -

I - Organisation du travail

On dispose d'une équipe de 4 hommes

- un aide-chimiste chargé de la préparation des solutions, la purification du tampon, la récupération des solvants organiques, préparation de la gamme et lectures.
- un manipulateur chargé de la pesée, de l'établissement des feuilles de lecture et de l'addition du tampon et de la dithizone.
- un aide-manipulateur chargé des autres opérations
- un laveur de vaisselle

II - Rendement

Cette équipe est susceptible du rendement suivant, compte-tenu des refaits et contrôles :

320	échantillons	par	jour
1900	"	"	semaine
7600	"	"	mois

III - Matériel et produits nécessaires

Pour 3 mois de travail à cette cadence, soit 22.800 analyses, il faut prévoir :

Matériel : 16 portoirs de fer
35 " bois pour lecture
800 tubes à essais pour attaque 22 x 220 jaugés à 50 cc
360 " de lecture 15 x 160
4 bains marie

Produits : 30 litres acide chlorhydrique, qualité courante
 30 " " nitrique
 20 Kg - Citrate trisodique
 3 Kg - Chlorhydrate d'Hydroxylamine
 20 gr. Dithizone
 240 litres Chloroforme (60 litres suffisent si la récupération est bien faite)
 90 litres Tétrachlorure de Carbone (25 litres suffisent si la récupération est bien faite)
 4 Kg - Cyanure de Potassium

Solutions utilisées

Hol) Qualités courantes - faire un essai à blanc sur chaque nouvelle
 NO₃H) bouteille (1 litre → 1000 analyses)

NH₃ au 1/2 - faire essai à blanc par bouteille (1 litre → 4000 analyses)

Tampon

a) Solution mère = 2,400 Kg Citrate trisodique
 0,300 Kg Chlorhydrate d'Hydroxylamine
 3¹/₆00 - Eau
 0¹/₄00 - NH₃

b) Solution diluée = 0¹/₅00 de Solution mère
 1¹/₇50 - Eau

Quantité nécessaire solution de Cyanure pour 40,5 g KCN

Dithizone

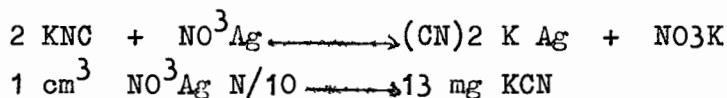
a) Solution mère pour purification du tampon : 0,250 gr dithi-	} Ces deux solutions sont conservées au frigo
zone,	
0,5 litre tétrachlorure de carbone	
b) Solution mère pour réaction	
50 mg dithizone	
500 cc Tétrachlorure de carbone	
Pour utilisation diluer 10 fois avec chloroforme	

Cyanure de Potassium

- Dissoudre le contenu d'un flacon dans 1 litre d'eau
- Doser le KCN contenu

Pour cela = prélever 50 cc de Solution de KCN (à l'aide d'une fiole jaugée) passer dans un ballon jaugé de 500 cc - compléter avec de l'eau - bien agiter.

Prélever 25 cc (ballon jaugé) diluer à 100 cc avec eau et titrer par NO_3Ag N/10 en présence de quelques gouttes d'une solution à 10 % d'Iodure de Potassium, un louche opalin signale la fin de la réaction (précipitation d'Iodure d'Argent).



Nitrate d'Ammonium

109 gr Nitrate d'Ammonium

66 gr Chlorure "

Vol. 500 cc avec eau.

Méthode

0,5 gr pesés dans tubes jaugés à 50 cc ajouter (burette) 1 cc HCl et 1 cc NO_3H (qualité courante) - attaquer 20 minutes au bain-marie bouillant - ajouter eau déminéralisée jusqu'au trait de jauge et remettre 30 minutes au bain-marie bouillant - faire refroidir, compléter au trait de jauge, agiter, laisser déposer.

Pipeter 5 cm^3 de Solution dans un tube de lecture ajouter 0,5 cc d'ammoniaque au 1/2, 7 cm^3 de tampon dilué et 5 cm^3 de dithizone pour réaction - agiter 30 secondes et comparer à la gamme.

Confection de la gamme

On part d'une Solution aqueuse de nitrate de plomb titrant 0,1 gr/l de Pb - (100 γ /cc)

Prélever 1 cm^3 de cette Solution et diluer à 100 cc ce qui donne une teneur de 1 γ /cc.

Dans chacun des 10 tubes de la gamme, mettre 0,5 cc de solution de nitrate - Chlorure d'Ammonium - puis les quantités suivantes de liqueur de Pb à 1 γ /cc =

1er tube	-	Solution de Pb	= 0	eau	5 cc	lecture	= 0
2ème "			0,5		4,5		0,5
3ème "			1,0		4		1,0
4ème "			1,5		3,5		1,5
5ème "			2,0		3		2,0
6ème "			2,5		2,5		2,5
7ème "			3,0		2		3,0
8ème "			3,5		1,5		3,5
9ème "			4,0		1		4,0
10ème "			4,5		0,5		4,5

Le chiffre lu $\times 20$ = Pb ppm

En raison des variations importantes et fréquentes des teneurs en Pb, on a pris l'habitude de préparer simultanément une gamme "forte" dont les teneurs sont doubles de celles décrites ci-dessus en prenant les mêmes volumes et en partant d'une solution plombée à 2 /cc (1 cc de solution mère diluée à 50 cc) - les chiffres lus sont doublés avant leur inscription sur la feuille de lecture.

Préparation

- On prépare une solution mère qui permettra de faire 2500 dosages (environ 1 semaine 1/2 de travail à la cadence normale) - Pour cela, on fait dissoudre dans 3 litres 600 d'eau, 2 Kg 400 de Citrate trisodique et 0,320 Kg de Chlorhydrate d'Hydroxylamine.

Après dissolution on ajuste le pH à 9,5 par addition d'environ 0 litre 400 d'ammoniaque.

Purification

- 1 - Traitement à la dithizone (pour éliminer toutes impuretés régissant avec la dithizone)

- On utilise une solution à 0,5 gr/l de dithizone dans le tétrachlorure de carbone.

- Dans le flacon de 10 litres en vinyle, où l'on a fabriqué le tampon, ajouter 60 cc de dithizone et 200 cc CCL₄ - agiter fortement 5 minutes, décanner la phase organique qui est devenue rouge violacée

- recommencer l'opération jusqu'à ne plus avoir de coloration rose de la dithizone (qui conserve sa couleur verte) - en général deux opérations suffisent.

- 2 - Traitement au chloroforme (pour éliminer la dithizone pouvant rester du traitement précédent)

- ajouter 200 cc de chloroforme, bien agiter, décanner

- recommencer l'opération jusqu'à ce que le chloroforme décanté soit absolument incolore.

Remarques

- 1 - Pour ces opérations le Tétrachlorure de Carbone et le Chloroforme utilisés sont uniquement des produits de récupération (voir à ce chapitre) -
- 2 - Le Chloroforme utilisé pour le dernier lavage (qui est incolore) est mis de côté, il servira au premier lavage de la prochaine opération.
- 3 - Pour la commodité et la rapidité des opérations, les décantations de phases organiques sont faites grossièrement - une petite partie de solution tampon est entraînée à chaque fois lorsque la purification est terminée les liqueurs de lavage sont longuement et soigneusement décantées - la partie aqueuse est mise de côté et sera jointe au traitement de la prochaine solution mère. Les phases organiques sont traitées en vue de la récupération du CCl_4 et du CHCl_3 .

Récupération des Solvants Organiques

Chloroforme

On réunit, après une décantation grossière, le solvant contenu dans les tubes de lecture et les solutions de traitement récupérées après purification du tampon.

Dans une boule à décanter, on sépare soigneusement toute trace de solution aqueuse et la phase organique est ensuite distillée (sans précautions spéciales).

La première portion de liquide distillé (50 cc environ) n'est pas conservée - on distille ensuite les 9/10 du liquide.

Tétrachlorure

Les jus provenant du 1er traitement du tampon en vue de sa purification, sont réunis dans une bonbonne.

On leur ajoute environ 40 g de chaux par litre, agite vivement et laisse reposer 4 heures.

On ajoute ensuite 70 cc par litre d'acide sulfurique concentré, agite et laisse reposer une nuit.

On décanse ensuite la phase organique et la distille.

VI

ZINC

par Colorimétrie à la Dithizone

Principe

Cette méthode est basée sur la formation du dithizonate de zinc à pH 5,5 en présence d'hyposulfite de sodium pour éliminer les interférences dues au cuivre et au plomb. L'appréciation des teneurs s'effectue par comparaison des teintes obtenues avec celles d'une gamme d'étalons.

Mode opératoire

1) Mise en solution

- Peser et introduire dans un tube en pyrex 24 x 280 jaugé à 50 cm³ par un trait circulaire 0,5 g de sol préalablement séché, broyé et tamisé à 120 mesh.

- Ajouter dans chaque tube 1 cm³ d'acide chlorhydrique et 1 cm³ d'acide nitrique concentrés.

- Effectuer l'attaque au bain-marie bouillant pendant 30 minutes en milieu acide concentré, puis pendant 30 minutes en milieu acide dilué après avoir amené le volume de la liqueur acide sensiblement au trait de jauge avec de l'eau déminéralisée.

- L'attaque terminée, sortir les tubes du bain-marie ; laisser refroidir.

- Ajuster au trait de jauge avec de l'eau déminéralisée. Homogénéiser par une rapide agitation.

- Laisser décanter au minimum 2 heures.

2) Détermination des teneurs

- Introduire une prise aliquote de 0,5 à 2 cm³, selon les teneurs présumées, dans un tube en pyrex 18 x 180 (une liqueur légèrement trouble ne gêne pas).

- Compléter le volume à 5 cm³ avec de l'acide chlorhydrique 0,25 N.

- Amener le pH à 5 par addition de 5 cm³ d'une solution tampon contenant 60 g d'hyposulfite de sodium par litre.

- Ajouter 5 cm³ d'une solution de dithizone à 0,002 % dans le tétrachlorure de carbone.

- Agiter 4 fois 20 secondes mécaniquement, en attendant environ 20 secondes entre deux agitations successives.

- Comparer la coloration obtenue avec celle d'une gamme de témoins échelonnée de 0 à 5

Entre 0 et 3 il est possible, avec une certaine habitude, dévaluer 2/10 .

3) Sensibilité et reproductibilité

La sensibilité maximum dans ces conditions est de 10 ppm.

Entre 50 et 500 ppm, la reproductibilité est de l'ordre de $\pm 12 \%$.

4) Gamme d'étalons

10 témoins, contenant 0 - 0,5 - 1 - 1,5 - 2 - 2,5 - 3 - 3,5 - 4 et 5 de zinc sont préparés selon le même mode opératoire à partir d'une solution contenant 1 cm³ de zinc.

Ces étalons sont stables 6 heures si l'on prend soin de ne pas les exposer directement à la lumière solaire.

Solutions et réactifs utilisés

Solution tampon

- Dissoudre dans 8,5 l. d'eau déminéralisée :
 - 1500 g d'acétate de sodium à 3 molécules d'eau.
 - 600 g d'hyposulfite de sodium à 5 molécules d'eau.
 - 40 g de chlorhydrate d'hydroxylamine.
- Purifier par agitation mécanique avec une solution de dithizone dans le tétrachlorure de carbone, concentrée d'abord, diluée ensuite, jusqu'à non réactivité des éléments réagissant avec la dithizone à ce pH (5,5 - 6).
- Siphonner la phase organique
- Stocker dans des flacons de polyéthylène de 10^l.

Solutions de dithizone

La solution utilisée à 0,002 % est préparée journallement par dilution avec du tétrachlorure de carbone d'une solution-mère à 0,010 % dans le chloroforme; cette dernière est stable 3 à 4 jours si l'on prend la précaution de la conserver dans un endroit frais et à l'abri de la lumière. Elle est préparée par dissolution de 0,05 g de dithizone dans le chloroforme (500 cm³).

Solutions-étalons de zinc

Peser et dissoudre 2,084 g de chlorure de zinc dans un minimum d'acide chlorhydrique concentré. Compléter à 1000 cm³ avec de l'acide chlorhydrique 0,25 N. Cette solution est à 1000 γ /cc. Elle est stable plusieurs mois.

A partir de cette solution préparer 100 cc d'une solution à 100 γ /cc par dilution avec de l'acide chlorhydrique 0,25 N. En analyse continue, elle est utilisée jusqu'à épuisement.

Chaque semaine préparer 100 cc d'une solution à 1 γ /cc par dilution de la précédente avec de l'acide chlorhydrique 0,25 N.

VII

ALUMINE

par "décomplexion"
(Méthode BRGM)

Principe

La méthode indiquée pour le dosage d' Al^{2+} dans l'analyse des Sols nécessite le dosage séparé de Ti et Fe -

On peut titrer directement Al^{2+} sans avoir à faire les déterminations - Pour cela on opère la complexion des 3 éléments Al + Fe + Ti, on bloque ensuite Ti par l'acide acétique et le phosphate d'ammonium (pour éviter la formation de fluorure de titane) - on fixe alors, par une solution de chlorure de zinc le complexon ainsi libéré ainsi que l'excès de ce réactif - on fait alors passer l'alumine sous forme de complexe avec du fluorure de Sodium et dose le complexon ainsi libéré par une solution titrée de chlorure de Zinc -

Réactifs

a) Solution tampon pH 5,6

Acétate d'ammonium	=	500 g
Acide acétique	=	20 cc
Eau distillée	=	1000 cc
Ajuster au pH-mètre si nécessaire		

b) Dithizone 0,025 % dans l'alcool

c) Cl^{2+}Zn N/20 (Voir à "Solutions titrées")

d) Complexon N/20 (_____ " _____)

e) Papier indicateur pH 4,5 à 7,5

f) Acide tartrique 2 %

Mode opératoire

- Solution peu acide (sulfurique, HCl) contenant de 10 à 60 mg Al^{2+} + EDTA N/10 en excès.
- Neutraliser avec la Solution tampon jusqu'à pH 6 (touches au papier indicateur)
- Ajouter 20 cc de Solution tampon (excès)
- Bouillir 10 minutes
- Ajouter 20 cc acide tartrique

- Puis 5 cc de phosphate d'ammonium
- Bouillir à nouveau 10 minutes
- Refroidir rapidement
- Ajouter alcool (1/3 du Vol.) et dithizone
- Titrer par Cl^2Zn jusqu'à virage au rouge
- Ajouter 30 cc FNa
- Bouillir 10 minutes
- Refroidir
- Ajouter alcool et dithizone
- Titrer EDTA libéré par Cl^2Zn
- 1 cc Cl^2Zn N/20 $\longrightarrow$ 1,275 mg d' Al^2O^3

VIII

ALUMINE

en présence de quantités importantes
de Phosphore

Principe

En présence de quantités importantes de phosphore on ne peut pas utiliser la complexométrie ni la précipitation de l'hydroxyde car dans les deux cas l'ion phosphorique gênerait -

Dans ce cas on doit précipiter l'alumine sous forme de phosphate qui est filtré, calciné et pesé - Fe_2O_3 et TiO_2 précipitent en même temps - on devra les doser séparément pour les déduire du précipité total -

Mode opératoire

La solution d'attaque débarrassée de la silice est neutralisée par l'ammoniaque jusqu'à début de précipitation - on ajoute alors, 2 g d'acétate d'ammonium et 5 g de phosphate di-ammonique par 100 cc de solution - on ajoute ensuite 10 cc d'acide acétique à 50 %, amène le volume à 350 cc environ et porte à ébullition pendant 1/2 heure -

Filtrer et laver à l'eau chaude contenant un peu de nitrate d'ammonium - Calciner - peser le total des phosphates d'Al, Fe et TiO_2 -

Le précipité est passé en creuset de Pt et fondu avec du Pyrosulfate de Potassium-

Le creuset refroidi est repris par SO_4H^2 à 10 % -
La solution est amenée à volume connu -

- Sur une aliquote on dose Fe par iodométrie (Tome I p. 115)
- Sur une aliquote TiO_2 est dosé par colorimétrie (Tome I p. 179)
ou par oxydo-réduction comme décrit plus loin (Tome II p. 153) --

Calculer ensuite =

- $\text{Fe} \times 2,6964 = \text{PO}_4\text{Fe}$
- Exprimer Ti en TiO_2
- Faire la différence =

Poids du précipité de phosphates = $(\text{PO}_4\text{Fe} + \text{TiO}_2) = \text{PO}_4\text{Al}$

- $\text{PO}_4\text{Al} \times 0,4178 = \text{Al}_2\text{O}_3$

IX

ALUMINIUM

en présence de grandes quantités
de Fer

Principe

Le dosage de l'aluminium se fait généralement par différence entre le total des hydroxydes de Al, Fe, Ti, Mn et la somme des trois derniers .. quand la teneur en Fe est importante, il est préférable d'opérer le dosage de l'alumine seule - parmi les diverses méthodes, la précipitation au benzoate nous a toujours donné d'excellents résultats -

Toutefois le titane précipite également, il est donc nécessaire de le doser sur le précipité -

Mode opératoire

La solution d'attaque doit être faiblement acide - on ajoute 5 g de chlorure d'ammonium, 1 cc d'acide thioglycolique, 20 cc d'acétate d'ammonium à 10 %, 20 cc de Benzoate d'ammonium (à 10 % dans l'eau) 1 à 2 cc de bleu de bromophenol - ne pas se préoccuper de l'apparition d'un précipité et porter à 80° -

Si un précipité subsiste à cette température ajouter quelques cc d'acide chlorhydrique 1/4 pour le redissoudre -

Neutraliser alors par l'ammoniaque (goutte à goutte) jusqu'à apparition d'un précipité - faire bouillir 5 minutes -

Ajouter alors de l'ammoniaque jusqu'à virage rouge - bleu - faire bouillir encore 5 minutes et laisser reposer à douce température (60 à 80°) pendant 1/2 heure - filtrer chaud, et laver avec une solution à 60-80° contenant 1 % de benzoate d'ammonium et 20 cc par litre d'acide acétique -

Redissoudre le précipité avec de l'acide chlorhydrique pur et opérer une 2e précipitation dans les mêmes conditions -

Calciner et peser $\rightarrow \text{Al}^2\text{O}^3 + \text{TiO}^2$

Après la pesée faire une fusion au bisulfate du précipité, reprendre par SO_4H^2 dilué et doser TiO^2 par colorimétrie -

X

PHOSPHORE

Dosage de fortes teneurs par
Précipitation du Phosphate Magnésien

Nous employons la méthode officielle de phosphate dans les engrais, applicable dans le cas des phosphates d'Aluminium. 1 gr. de phosphate sec est placé dans un vase à réactifs avec 30 cc de ClH et 6 cc NO^3H - Porter à l'ébullition - Filtrer - Dans le filtrat ajouter 30 gr. de citrate d'ammonium - 10 cc ClH, 100^{cc} de réactif Magnésien (400 gr. Cl^2Mg + 300 g. NH^4Cl dans 1500 cc eau chaude - Neutraliser au tournesol par NH^4OH laisser reposer 1 heure - Filtrer. Ajouter ClH pour rendre acide au tournesol amener à 2000) - Neutraliser par NH^4OH puis ajouter 3 cc NH^4OH concentré en excès. Amener à 250 cc. Agiter - laisser une nuit. Filtrer - laver avec NH^4OH N/2 (1/28). Redissoudre sur le filtre par 50 cc environ de ClH 3N (1/4) chaud - Bien laver le filtre - Ajouter dans le filtrat 0,5 g. d'acide citrique - 20 cc réactif magnésien, amener à 100 ajouter NH^4OH jusqu'à virage du rouge de méthyle. Laisser une nuit - Filtrer - laver avec NH^4OH N/2 et - calciner $\text{P}^2\text{O}^7\text{Mg}^2$.

$$\text{P}^2\text{O}^7\text{Mg}^2 \times 0,6397 = \text{P}^2\text{O}^5$$

XI

TITANE

par Oxydo-Réduction

Principe

Ti (IV) est réduit par l'amalgame de zinc en Ti (III), puis réoxydé par MnO_4K - Les manipulations sont délicates à mener car on doit toujours se trouver en atmosphère non oxydante (nous utilisons CO_2) -

Les essais effectués ont donné des chiffres légèrement inférieurs à ceux obtenus par gravimétrie (35,28 % et 35,05 % sur un échantillon où la gravimétrie donnait 35,67 %) -

Réactifs

Amalgame de Zn

Laisser en contact 24h. mercure et excès de Zn (recouvert de $\text{SO}_4\text{H}^2 6\text{N}$) (20 g Zn pour 50 cc Hg) à 50° environ

Décanter la partie liquide, laver avec $\text{SO}_4\text{H}^2 6\text{N}$ -

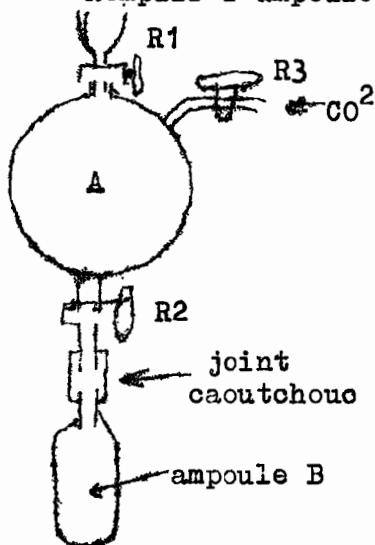
- $\text{SO}_4\text{H}^2 6\text{N}$

- MnO_4K N/10 8 mg TiO_2 γ/cc
 ou N/20 4 mg " "

- Sol^{on} de bleu de méthylène 0,5 % dans eau

Mode opératoire

- Prendre une aliquote en milieu sulfurique
- Ajouter 10 cc sulfurique 1/2
- Concentrer si nécessaire pour avoir un volume 50 cc
- Faire chauffer à 80° environ
- Remplir l'ampoule B de l'appareil avec $\text{SO}_4\text{H}^2 6\text{N}$ et fixer l'ampoule sous le robinet R2 ouvert - de façon telle que le liquide remplisse le tube et le boisseau de R2 jusqu'à effleurer la partie évasée de A ceci afin qu'il n'y ait pas la plus petite bulle d'air en dessous de R2 lorsque celui-ci est fermé -
- Fermer R2
- Introduire en A 15 cc d'amalgame de mercure, puis la prise d'essai qui a été amenée à ~80°
- Par R3 balayer l'ampoule A par un courant de CO_2
- Fermer R1
- Mettre l'atmosphère de A en légère surpression de CO_2 puis fermer R3 -



- Agiter énergiquement l'appareil de façon à avoir un plus grand contact possible entre l'amalgame et la solution - de temps à autre ouvrir R3 pour maintenir la suppression de CO_2 - durée de l'agitation = 10 minutes -
- Ouvrir alors R2, par pressions successives sur le joint de caoutchouc faire descendre la totalité (attention aux petites gouttes accrochées au verre) de l'amalgame dans l'ampoule B -
- Fermer R2 et détacher l'ampoule B
- Ouvrir R3 et le laisser ouvert pendant toute la suite du dosage le passage de CO_2 étant réglé par un bulle à bulle continu
- Ouvrir R1 et introduire 5 gouttes de bleu de méthylène qui est aussitôt décoloré
- Titrer, dans l'ampoule, par MnO_4^- jusqu'à apparition de la teinte bleue (bleu de méthylène)

NB.- Opérer vite pour être le plus chaud possible au moment du titrage qui doit se faire à 60° - en dessous de cette température la réaction est lente.

- On peut, après titrage du Ti passer la solution dans un erlen, la refroidir, ajouter 5 cc de PO_4H_3 et quelques gouttes de diphenylamine sulfonate de baryum, et titrer le fer au permanganate - le virage est très net.-

ATTAQUE DE CERTAINS ECHANTILLONS
FORTEMENT ALUMINEUX

Principe

Certaines roches très alumineuses ne sont pas désagrégées par la fusion alcaline telle qu'elle est décrite au sujet des analyses générales (Tome I p. 167).

Dans ce cas il est nécessaire d'opérer une fusion carbonates - Borax qui permet une bonne désagrégation -

On se débarrasse ensuite du bore en ajoutant à la reprise de la masse fondue, de l'alcool méthylique qui donne un ester méthylborique volatil -

L'analyse peut ensuite se poursuivre selon la méthode générale -

Préparation du borax

Fondre doucement, en capsule de platine une petite quantité de borax ($B_4O_7Na_2, 10H_2O$), ajouter petit à petit du borax - renverser sur une plaque de nickel et broyer au mortier de porcelaine -

Mode opératoire

- Mélanger à l'échantillon 3 parties du mélange carbonate de Sodium-carbonate de Potassium et 2 parties de borax -
- Fondre au creuset de platine avec les précautions habituelles - terminer en chauffant très fort (bec soufflé) pendant 10 minutes.
- Reprendre en capsule de porcelaine par l'acide chlorhydrique de la façon habituelle - après avoir enlevé le creuset de platine mettre à évaporer sur le bain sable, rajouter 20 cc d'acide chlorhydrique, puis 30 cc d'alcool méthylique (ajouté en 2 fois) - s'assurer qu'il ne reste plus de bore, pour cela ajouter 10 cc d'alcool méthylique et enflammer les vapeurs. La flamme ne doit pas avoir de coloration verte -
- Poursuivre l'insolubilisation de la silice et le restant de l'analyse selon la méthode générale décrite (Tome I p. 167).-

DETERMINATION DU QUARTZ
en présence de Silicates par attaque phosphorique

(Méthode TALVITRE
Communication sur "Analytical Chemistry
avril 1951 - p. 623)

Principe

La détermination du quartz en présence de Silicates est particulièrement délicate et les chiffres obtenus varient avec les méthodes - nous avons utilisé plusieurs fois la méthode suivante qui donne de bons résultats -

- L'acide phosphorique forme des complexes solubles, à la fois avec l'acide silicique et les oxydes métalliques.
- On chauffe à ébullition, en présence d'acide phosphorique à 85 %, à $t = 220^{\circ} - 250^{\circ}\text{C}$ - par perte d'eau, l'acide orthophosphorique se transforme en acide pyrophosphorique et dissout le silicate -
- La solution claire obtenue est diluée avec de l'eau, une filtration sépare le quartz -
- Un contrôle du temps de chauffage est nécessaire afin d'éviter la ϕ de la silice dissoute, ceci dû à une trop forte déshydratation de l'acide phosphorique -
- On utilise pour l'attaque une fiole conique de 250 cc recouverte d'un entonnoir afin d'éviter une trop rapide déshydratation et des projections - la tige de l'entonnoir doit être coudée, de façon telle qu'elle soit en contact, par son extrémité avec la paroi du vase -

Minéraux se dissolvant complètement en 1 min.

Actinote	Halloysite	Serpentine
Almandin	Hornblende	Spessartine
Amphibole	Idocrase	Sphène
Chrysolite	Kaolinite	Wollastonite
	Labrador	Zoïsite
Diopside	Montmorillonite	
Epidote	Muscovite	
Grossulaire	Prochlorite	

Minéraux incomplètement dissous en 12 min.

	% disso- l ^{on} 12 min.	Temps né- cessaire		% disso- l ^{on} 12 min.	Temps nécessaire
Antophyllite	97 %	14 min.	Andalousite	53 %	18 min.
Oligoclase	95	14		~~44~~	~~20~~
	~~93~~	~~14~~	Pyrophyllite	38	20
Enstatite	92	14	Sillimanite	28	20
	~~87~~	~~14~~	Kyanite	20	20
Trémolite	85	14	Tourmalino	14	>20
Talc	74	14	Beryl	3	>20
	~~74~~	~~16~~	Topaze	3	>20
Albite	70	16			

% de Quartz dissous en fonction du temps

12 min.	1,0 %
14	1,4
16	3,3
18	4,2

Mode opératoire

- La roche est broyée à 200 #
- Peser 0,5 g de roche et introduire dans la fiole d'attaque avec 25 cc d'acide orthophosphorique à 85 % - Couvrir de l'entonnoir à tige coudée -
- Placer sur une plaque chauffante préalablement amenée à 220° -
- Dès l'ébullition agiter la fiole durant 3 secondes toutes les minutes (pour éviter les surchauffes et permettre une attaque régulière)
- Après 12 minutes* retirer la fiole, agiter vivement durant 1 minute (pour dissoudre la silice gélatineuse qui aurait pu se déposer sur les parois) puis la poser sur une surface froide et retirer aussitôt (avec précaution) l'entonnoir -

* Voir N.B.

- Laisser refroidir, ~~laver~~ rapidement les parois du récipient avec 125 cc d'eau chaude (60-70°) agiter vigoureusement pour avoir un mélange homogène -
- Introduire, en versant le long des parois, 10 cc d'acide fluoborique (dissout la silice gélatineuse sans toucher au quartz) - bien agiter pour mélanger, rincer les parois avec 25 cc d'eau, et attendre 1h. -
- Filtrer sur papier avec pulpe
- Laver à l'eau froide, puis avec HCl 1/9 chaud, puis 2 autres lavages à l'eau
- Calciner le filtre et peser, faire une évaporation HF pour vérifier pureté du quartz séparé -

NB.- Il a été constaté que :

12 min. d'attaque sont insuffisantes pour 100 mg de quartz, il faut 20 min. -

En 20 minutes sur 400 mg de Kaolinite on a laissé inattaqué 4% de SiO_2 .

Fabrication de l'acide fluoborique

453,6 g d'FH à 48 % + 250 g acide borique dissous dans 450 cc d'eau -

6ème PARTIE

—

SOLUTIONS TITREES

—

La confection et le contrôle des Solutions titrées sont l'objet de soins tout particuliers -

Lorsque le produit à mettre en solution est instable ou hygroscopique nous utilisons des ampoules de "Titrisol Merk" ou "Fixanal" - les Solutions fabriquées ainsi sont aussitôt contrôlées par Volumétrie -

Dans les autres cas nous fabriquons nos Solutions par 5 ou 10¹. - les laissons au repos durant 24 ou 48h., puis effectuons 2 contrôles -

- un par Volumétrie
- un par Gravimétrie, ou à défaut par une 2e méthode Volumétrique.

Les flacons de Solutions ainsi préparées sont numérotés - un registre de "Solutions titrées" porte en face de ces numéros :

- la date de fabrication
- le résultat des contrôles effectués.

Ces Solutions sont conservées dans une armoire spéciale et servent au réapprovisionnement des flacons en service dans le laboratoire -

Nous avons réuni dans ce chapitre

- un tableau résumant les contrôles possible entre Solutions titrées.
- tous renseignements concernant la préparation et le contrôle des Solutions suivantes :

- I Complexon IIII
- II Chlorure de Calcium
- III Chlorure de Zinc
- IV Bichromate de Potassium
- V Permanganate de Potassium
- VI Hyposulfite de Sodium
- VII Nitrate d'Argent
- VIII Sulfocyanure d'Ammonium
- IX Soude
- X Acide sulfurique
- XI Acide chlorhydrique
- XII Chlorure de Baryum
- XIII Sulfate d'Ammonium
- XIV Fer
- XV Titane
- XVI Phosphore
- XVII Nitrite de Potassium
- XVIII Nitrate de Potassium
- XIX Aluminium
- XX Sodium
- XXI Potassium

Méthode

du sulfate de baryte - $SO^4H^2 \cdot BaCl^2 \cdot SO^4Ba \cdot 2HCl$

du carbonate $CO^3Na^2 \cdot SO^4H^2 \cdot SO^4Na^2 \cdot CO^3H^2$

le soude par $Indicateur = \text{méthyl orange}$

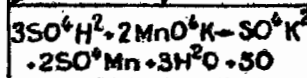
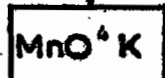
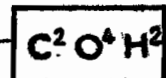
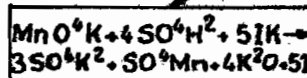
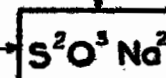
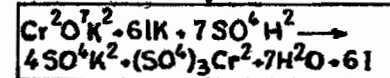
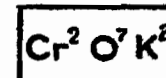
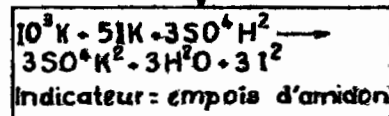
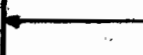
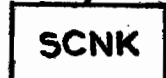
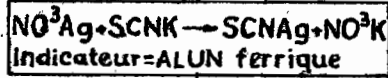
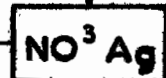
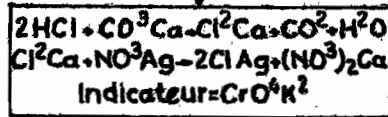
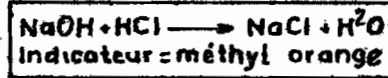
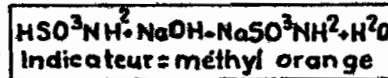
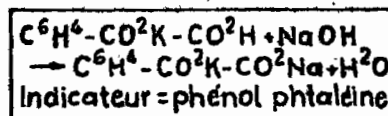
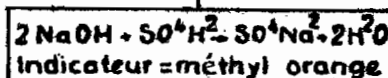
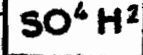
de comparaison - Solution acide type et NaOH

phthalate de K

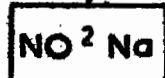
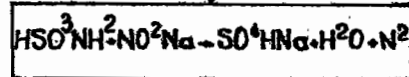
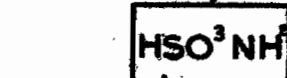
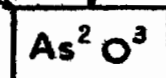
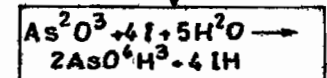
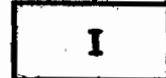
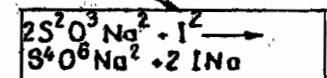
acide sulfamique

Cl

$Cr^2O^7K^2 + 6(CSO^4Fe, SO^4Am)^2 \rightarrow$
 $6H^2O + 3O^2H^2(SO^4)_3 \cdot Cr^2 +$
 $SO^4K^2 + 6SO^4Am^2 \rightarrow 3(SO^4)_3$
 $Fe^2 + 7H^2O$
 Indicateur - plus de
 coloration avec $Fe(CN^6K^4)$
 ou Diphénylamine
 sulfonate de baryum



Titrage du permanganate par
 Sel de Mohr ou Sb ou Fe ou CO^2HCO^2H



INTERCONTRÔLE DES SOLUTIONS TITRÉES

S.T.-14

NOM	SOLUTIONS TITREES
	Complexon III (Sel disodique de l'acide Éthylène-diamine tétra - acétique)

I - Solution N/20

- Préparation

- Sécher le complexon dans une étuve réglée à 70°C pendant 4h. -
- Peser 9^g,305 pour 1^{l.} de Sol^{on} N/20 soit, 46^g,525 pour 5^{l.}
- Faire dissoudre à l'eau tiède (ne pas dépasser 70°C) -
- Passer en ballon jaugé de 1^{l.} (ou 5^{l.} si on a pesé 46^g,525) -
- Laisser bien refroidir et ajuster le volume au trait de jauge avec de l'eau permutée - bien agiter -
- Laisser reposer 24h. -

- Vérification du titre

- a) par le Chlorure de Zinc

- Prélever très exactement 25 cc de Complexon dans un erlen de 250.
- Ajouter 20 cc de "Sol^{on} tampon pH 4,5 pour alumine" -
- Vérifier par une touche au papier réactif que ce pH est bien 4,5 (sans quoi ajouter encore du tampon jusqu'à obtention de ce pH, puis 20 cc en excès) -
- Ajouter 30 cc, mesurés à l'éprouvette, d'alcool éthylique -
- Ajouter 5 à 10 gouttes d'une sol^{on} alcoolique de dithizone (à conserver au réfrigérateur).
- Placer dans une burette graduée au 1/20 de cc une sol^{on} N/20 de Chlorure de Zinc.
- Titrer jusqu'à apparition de la teinte rouge du dithizonate de Zinc.
- On doit pour cela verser 25 cc de Chlorure de Zinc -

Tolérance $\pm$ 0,1 cc

- Si le résultat obtenu est hors de ces limites recommencer le titrage -
- Si le 1e chiffre se confirmait prévenir le Chef de Laboratoire.

b) par le Chlorure de Calcium

- Prélever très exactement 10 cc de Solution de Cl^2Ca N/10 dans un erlen de 250 cc -
- Ajouter 5 cc de triéthanolamine à 50 %
- Ajouter goutte à goutte KOH 3N jusqu'à pH 13 (vérifier par des touches au papier indicateur)
- Ajouter un tout petit peu de réactif de Patton et Reeder -
- Titrer avec le Complexon préparé
- On doit verser 20 cc de Complexon

Tolérance = 0,1 cc

II - Solution N/50

- Préparation - Opérer comme il est expliqué pour la solution N/20, mais en pesant :

- 3^g,722 de Complexon pour 1^l.

- 18^g,610 pour 5^l.

- Vérification titre

a) par le Chlorure de Zinc

- Prélever très exactement 50 cc de Complexon dans un erlen de 250.
- Ajouter 25 cc de "Sol^{on} tampon pH 4,5 pour alumine" -
- Vérifier par une touche au papier réactif que ce pH est bien 4,5 (sans quoi ajouter encore du tampon jusqu'à obtention de ce pH, puis 20 cc en excès) -
- Ajouter 50 cc, mesurés à l'éprouvette, d'alcool éthylique -
- Ajouter 5 à 10 gouttes d'une Sol^{on} alcoolique de dithizone (à conserver au réfrigérateur).
- Placer dans une burette graduée au 1/20 de cc une sol^{on} N/20 de Chlorure de Zinc.
- Titrer jusqu'à apparition de la teinte rouge du dithizonate de Zinc.
- On doit pour cela verser 20 cc de Cl^2Zn -

Tolérance = $\pm$ 0,1 cc

b) par le Chlorure de Calcium

- Opérer très exactement comme il est décrit à ce paragraphe pour le titrage de la Solution N/20.
- On doit verser 50 cc de Complexon -

Tolérance $\pm$ 0,20

II	SOLUTIONS TITREES
	Chlorure de Calcium

- Sécher pendant 48h. à 105° du Chlorure de Calcium RP, anhydre -

I - Solution N/10

- Peser 5,550 g de Chlorure de Calcium sec (opérer très rapidement car ce sel absorbe très rapidement l'humidité) pour 1^{l.} de solution (soit 27^g,750 pour 5^{l.}) -

Faire dissoudre à l'eau permutée, passer en ballon jaugé de 1^{l.}, compléter le volume, bien agiter et laisser reposer 24h. -

Vérification du Titre

a) par Complexométrie

Prélever très exactement 20 cc de solution de Cl^2Ca à contrôler, les placer dans un erlen de 250 - ajouter 5 cc de triéthanolamine à 50 % - puis KOH 3N goutte à goutte jusqu'à être à pH 13 (touches au papier indicateur) -

Ajouter alors un peu de réactif de Patton et Reeder et titrer avec une Solution de Complexon N/20 - jusqu'à virage du rose au bleu -

On doit verser 40 cc de Complexon -

Tolérance $\pm$ 0,15 cc

b) par dosage de l'ion Cl^-

Prélever très exactement 10 cc de Solution de Cl^2Ca à contrôler, les placer dans un erlen de 250 cc -

Opérer alors comme il est décrit pour le dosage de Cl^- dans les eaux (Tome II page 10) en utilisant 20 cc de NO_3Ag N/10 et SCnAm N/10 -

Faire un essai à blanc omme il est dit dans la méthode -

N^{cc} de SCnAm N/10 versé pour le titrage
 n^{cc} _____ l'essai à blanc

= 10 cc

Tolérance $\pm$ 0,1 cc

c) par précipitation et titrage de l'Oxalate de Calcium

Prélever exactement 20 cc de Cl^2Ca à contrôler - les placer dans un becher de 250 cc avec 150 cc d'eau permutée - ajouter 5 cc d'acide acétique et porter à ébullition - ajouter alors, par petites portions environ 2 g d'Oxalate d'Ammonium en cristaux - Laisser bouillir durant 5 minutes (en ajoutant de l'eau pour compenser les pertes dues à l'évaporation) - Couvrir d'un verre de montre et laisser reposer 1h. à douce température sur le bord du bain-sable -

Filtrer sur papier blanc plat -

Laver abondamment à l'eau chaude pour éliminer tout excès d'oxalate d'ammonium (faire un test sur la solution filtrée qui ne doit donner aucun louche par addition de quelques gouttes de Cl^2Ca)

Préparer une burette contenant MnO^4K N/10 -

Dans un erlen de 1^l à col large placer 200 cc d'eau bouillante, 20 cc d'acide sulfurique au 1/2, puis le papier filtre contenant le précipité d'Oxalate de Calcium - bien agiter et titrer immédiatement jusqu'à teinte rose persistante -

On doit verser 20 cc de MnO^4K N/10 -

Tolérance $\pm$ 0,1 cc

N.B.- Au début du titrage la réaction est lente, ne pas s'inquiéter.

Il faut que la solution soit très chaude, il est parfois nécessaire de la rechauffer quelques minutes en cours de titrage si la réaction se ralentissait.

- agiter, à la main, très vigoureusement

- éviter de faire tomber le permanganate sur le papier -

II - Solution N/20

- Opérer de la même façon que pour la Solution N/10

- Peser 2^g, 775 de Chlorure de Calcium pour 1^l.

soit : 13^g,875 pour 5^l. -

Vérification du Titre

Opérer de la même façon que pour la Solution N/10 avec les modifications suivantes :

a) par Complexométrie

- Prélever 20 cc de Solution à contrôler

- Titrer avec Complexon N/20

- On doit verser 20 cc de Complexon

Tolérance $\pm$ 0,1 cc

b) par dosage de l'ion Cl^-

- Prélever 10 cc de Solution à contrôler
 - Ajouter 20 cc de NO_3Ag N/20
 - Titrer avec SCNAm N/20
 - On doit verser 10 cc de Sulfocyanure N/20
- Tolérance $\pm 0,1$ cc

c) par précipitation et titrage de l'Oxalate de Calcium

- Prélever 40 cc de solution à contrôler
- Utiliser les mêmes quantités de réactif
- Titrer avec le permanganate N/10
- On doit verser 20 cc de MnO_4K N/10

Tolérance $\pm 0,1$ cc

S.T.-6/

III	SOLUTIONS TITREES
	Zn^{++} (Chlorure de Zinc)

Solution N/10

- Peser très exactement 16^g,342 de Zinc RP aiguilles ou en pastilles en vérifiant que la surface du métal soit bien nette et bien brillante - Si certaines fractions de métal étaient ternies ou blanches les éliminer - Pour cette raison ne jamais prendre de poudre qui est très rapidement oxydée.
- Placer le Zinc dans un becher de 800 forme haute, recouvert d'un verre de montre.
- Verser lentement, par le bec du becher 250 cc d'acide chlorhydrique au 1/2 -
- Mener l'attaque très lentement et à froid de façon à éviter les projections.
- Lorsque la réaction s'est calmée ajouter 250 cc de plus d'acide chlorhydrique au 1/2 -
- S'il restait de petits grains inattaqués chauffer légèrement sur le bain sable jusqu'à dissolution complète.
- Laisser refroidir, retirer le verre de montre après l'avoir lavé d'un jet de pissette.
- A l'aide d'un entonnoir transférer la solution dans un ballon jaugé de 1l. - bien laver becher et entonnoir - Compléter le volume au trait de jauge avec de l'eau distillée - Passer dans un flacon de 6 litres bien sec - Laisser bien égoutter le ballon - Puis remplir d'eau distillée jusqu'au trait de jauge et verser à nouveau dans le flacon de 6 litres en laissant bien égoutter - Répéter 3 fois encore l'opération avec le même ballon en laissant bien égoutter à chaque fois - Le vol total est ainsi de 5l. - bien agiter.

Solution N/20

500 cc de Solution N/10 placés dans un ballon jaugé de 1^l. - Compléter au trait de jauge avec eau distillée.

Solution N/50

200 cc de Solution N/10 placés dans un ballon jaugé de 1^l. - Compléter au trait de jauge avec eau distillée.

Vérification du titre

?

- 1) Prélever, dans un erlen de 250 cc, 10 cc d'une solution N/20 de Complexon -
 - Ajouter 20 cc de "Tampon acétique pour alumine",
 - 30 cc d'alcool éthylique à 95° -
 - Ajouter 4 à 5 gouttes d'une solution alcoolique de dithizone
 - Titrer avec la solution de Chlorure de Zinc N/20 jusqu'à virage du vert au rouge franc -
 - On doit verser 20 cc de $\text{Cl}^2\text{Zn} \pm 0,1$ cc
- 2) Prélever, dans un becher de 400 cc, 20 cc de solution N/10 de Chlorure de Zinc - Ajouter quelques gouttes de bleu de bromothymol, puis de l'ammoniaque au 1/2 jusqu'à virage vert-bleu (et apparition d'un précipité blanc d'hydrate de Zinc qui se redissoudrait dans un excès de réactif) - Acidifier avec de l'acide acétique au 1/3 jusqu'à teinte jaune de la Solution -

Ajouter goutte à goutte, en agitant, 20 cc de sulfhydrate d'ammonium - Puis faire bouillir pour agglomérer le précipité - Filtrer à froid sur papier bande bleue plissé - Laver 3 fois avec de l'eau froide contenant 10 % d'acétate d'ammonium -

Placer le papier dans une capsule de porcelaine tarée, sécher à l'étuve, puis calciner au moufle - après combustion du papier et grillage du sulfure à l'entrée du moufle, porte ouverte ; enfoncez la capsule dans le moufle, fermer la porte et chauffer 1/2 h. à 900° -

Attention le précipité calciné est de l'oxyde de Zinc excessivement léger le moindre courant d'air à la sortie du moufle ou du dessiccateur suffit à tout faire voler hors de la nacelle -

Laisser refroidir 1/2 h. dans un dessiccateur puis peser rapidement -

Le précipité jaune à chaud et blanc à froid doit avoir un poids de $81 \text{ mg} \pm 2 \text{ mg}$.-

IV	SOLUTIONS TITREES
	Bichromate de Potassium

CES SOLUTIONS SONT TRES STABLES -

Sécher 24h. à l'étuve à 105° du Bichromate de Potassium RP

Solution N/10

Peser 4^g,903 de bichromate, dissoudre à l'eau permutée - faire volume à 1000 cc - (pour 5^l. peser 24,515 g) - bien agiter - attendre 24h. avant de contrôler le titre -

Solution N/50

Peser 0^g,981 de bichromate, dissoudre à l'eau permutée - faire volume à 1000 cc - (pour 5^l. peser 4,903 g) - bien agiter - attendre 24h. avant de contrôler le titre.

Titrage des Solutions

Nous donnons 2 façons d'opérer le titrage - La 1^e, par le fer est la plus précise et doit être constamment utilisée - La 2^e par l'hyposulfite, est plus rapide mais moins précise - Elle sert soit à confirmer la 1^e opération soit à vérifier rapidement un titre douteux -

a) par oxydation de Fe

Solution N/10 = Nettoyer très soigneusement un morceau de fil de clavecin d'environ 0^g,250 - (Vérifier par examen à la loupe qu'il ne reste pas de traces d'oxyde) -

L'essuyer avec du papier joseph et le peser très exactement au 1/10 de mg - noter le poids qui doit être compris entre 200 mg et 250 mg -

Placer le fil de clavecin dans un erlen de 350 cc recouvert d'un verre de montre -

Attaquer par 25 cc d'acide chlorhydrique RP à faible température -

Lorsque tout le métal est dissous réduire par Chlorure Stanneux puis ajouter Chlorure mercurique (après refroidissement), mélange sulfophosphorique et titrer avec le bichromate à contrôler en présence de diphenylamine sulfonate de baryum en opérant très exactement comme il est expliqué pour le dosage du Fe total (utiliser une burette de 50 cc),
Tome I - page 112 -

$$\text{Calcul} = \frac{\text{Pds de fer attaqué}}{\text{Volume de Cr}^{2+}\text{K}^{2+} \text{ N/10 versé}} = 5,^{mg}585/\text{cc}$$

$$\text{Tolérance} \pm 0,015$$

Solution N/50

Prélever très exactement 50 cc de Solution étalon de fer à 1 mg/cc -
les placer dans un erlen de 350 - ajouter 20 cc d'acide chlorhydrique RP -
Couvrir d'un verre de montre - chauffer à 80° -

Réduire par le Chlorure Stanneux comme il est expliqué ci-dessus et
titrer avec la solution à contrôler (utiliser une burette de 50 cc) -

$$\text{Calcul} = \frac{50 \text{ mg}}{\text{Volume de Cr}^{2+}\text{K}^{2} \text{ N/50 utilisé}} = 1^{mg}_{,117}/\text{cc}$$

$$\text{Tolérance} \pm 0,003$$

b) par l'hyposulfite de Sodium

Solution N/10

Prélever très exactement 20 cc de Solution de bichromate N/10
dans un erlen de 350 cc -

Ajouter 10 cc d'une solution d'iodure de potassium à 10 % dans
l'eau, puis 5 cc d'acide sulfurique au 1/2 -

Agiter fortement puis ajouter 100 cc d'eau -

Titrer avec la solution d'hyposulfite de Sodium N/10 -

La solution vire du brun au vert clair -

Pour 20 cc de $\text{Cr}^{2+}\text{K}^{2}$ N/10 on doit verser 20 cc de $\text{S}^{2-}\text{O}_3\text{Na}^2$ N/10

$$\text{Tolérance} \pm 0,1 \text{ cc}$$

Solution N/50

Opérer de la même façon mais en prélevant 50 cc de $\text{Cr}^{2+}\text{K}^{2}$ et
en utilisant $\text{S}^{2-}\text{O}_3\text{Na}^2$ N/20 -

Pour 50 cc de bichromate on doit verser 20 cc d'hyposulfite -

$$\text{Tolérance} \pm 0,1 \text{ cc}$$

V	SOLUTIONS TITREES
	Permanganate de Potassium

I - Solution N/10

- Peser très exactement 3^g,161 de Permanganate en cristaux pour 1^{l.} de Solution - Soit 15,803 g pour 5 litres -
- Faire dissoudre à l'eau permutée, passer en ballon jaugé - compléter le volume au trait de jauge avec de l'eau permutée - bien agiter - Laisser reposer une semaine - Conserver en flacon de verre jaune ne pas utiliser de bouchon en liège ou en caoutchouc.

Vérification du Titre

a) par l'acide oxalique

- Peser 250 mg d'acide oxalique RP tel qu'il est dans le flacon, ne pas le sécher à l'étuve -
- Les placer dans un erlen de 500 cc avec 150 cc d'eau - chauffer jusqu'à dissolution -
- Garnir une burette de 50 cc avec la solution de permanganate à contrôler -
- Ajouter dans la solution d'acide oxalique très chaud (presque à ébullition), 20 cc d'acide sulfurique au 1/2 et titrer aussitôt avec le permanganate jusqu'à teinte rose persistante.
- On doit verser 39,7 cm³ de MnO⁴K

Tolérance ± 0,15 cc

N.B.- La réaction est lente à amorcer.

- Il faut que la solution d'acide oxalique soit très chaude tout au cours du titrage -

b) par le sel de Mohr

On pèse très exactement 1^g,500 de Sel de Mohr dans un erlen de 500cc à col large -

Attention prendre le Sel de Mohr au coeur du flacon, pas en surface - les cristaux doivent être bien verts et clairs - éliminer tout flacon contenant des cristaux teintés de jaune -

Préparer une burette garnie avec le permanganate à contrôler -

Ajouter 200 cc d'eau dans l'erlen, puis 20 cc d'acide sulfurique au 1/2 et 10 cc d'acide phosphorique -

Agiter sans chauffer jusqu'à dissolution complète des cristaux

Titrer immédiatement avec le permanganate jusqu'à teinte rose persistante.

On doit verser 38,2 cc de MnO_4^-

Tolérance $\pm$ 0,15 cc

II - Solution N/100

- Prélever 100 cc de Solution N/10, les placer dans un ballon jaugé de 1^l .. compléter avec eau distillée - bien agiter - conserver en flacon de verre jaune - ne pas utiliser de bouchon de liège ou de caoutchouc.

Attention - Cette solution est peu stable, il faut la refaire chaque mois.

Vérification du Titre

par le Sel de Mohr

- Peser 150 mg de Sel de Mohr et opérer comme il est décrit au sujet de la solution N/10 -
- Le titrage doit donner 38,2 cc

Tolérance $\pm$ 0,3 cc

VI	SOLUTIONS TITRÉES
	Hyposulfite de Sodium (ou Thiosulfate)

- Les cristaux d'hyposulfite doivent être bien transparents et ne pas présenter un aspect blanc poudreux -
 - Faire bouillir une quantité suffisante d'eau permutée afin de la débarrasser de toute trace de gaz carbonique (qui décomposerait l'hyposulfite).
 - Les solutions doivent être conservées en flacons de verre jaune bien bouchés -
- Solution N/10
- Peser 24^g,800 d'hyposulfite - faire dissoudre à l'eau bouillir - compléter à 1000 cc avec eau bouillie - bien agiter - attendre 48h. avant de contrôler le titre -
- Pour 5^l. de Solution peser 124^g,000 d'hyposulfite
- Solution N/20
- Peser 12^g,400 d'hyposulfite - faire dissoudre à l'eau bouillie - compléter à 1000 cc avec eau bouillie - bien agiter - attendre 48h. avant de contrôler le titre -
- Pour 5^l. de Solution peser 62 g d'hyposulfite

Titrage des Solutions

a) par le bichromate de Potassium

- Solution N/10
 - Prélever très exactement 20 cc de Solution de Bichromate de Potassium N/10, dans un erlen de 350 cc -
 - Ajouter 10 cc d'une Solution d'Iodure de Potassium à 10 % dans l'eau - puis 5 cc d'acide sulfurique 1/2 -
 - Agiter fortement puis ajouter 100 cc d'eau -
 - Titrer avec la Solution d'hyposulfite à contrôler -
 - La solution vire du brun au vert-clair
 - Pour 20 cc de $\text{Cr}_2\text{O}_7\text{K}^2$ N/10 on doit verser 20 cc de $\text{S}_2\text{O}_3\text{Na}^2$ N/10 -
- Tolérance $\pm$ 0,1 cc

- Solution N/20

Opérer de la même manière que ci-dessus mais en prenant 50 cc de Bichromate de Potassium N/50 -

Pour 50 cc de $\text{Cr}^{2+}_7\text{K}^{2+}_2$ N/50 on doit verser 20 cc de $\text{S}^{2-}_2\text{O}^{3-}_3\text{Na}^{2+}_2$ N/20 -

Tolérance $\pm$ 0,1 cc

b) par l'acide sulfurique

- Solution N/10

Placer dans un erlen de 250 cc, 20 cc de solution d'iodure de potassium à 20 % dans l'eau, puis 15 cc d'une solution d'iodate de potassium à 2 % dans l'eau -

On ajoute alors 20 cc exactement mesurés d'acide sulfurique N/10 - bien agiter - La solution prend une coloration brune -

Titrer alors avec la solution d'hyposulfite à contrôler jusqu'à disparition complète de la teinte jaune -

On peut également ajouter sur la fin du dosage quelques gouttes d'empois d'amidon. La solution prend alors une teinte bleue - titrer jusqu'à disparition de cette coloration -

Pour 20 cc de $\text{SO}^{4-}_2\text{H}^{2+}_2$ N/10 on doit verser 20 cc d'hyposulfite N/10 -

Tolérance $\pm$ 0,1 cc

- Solution N/20

Opérer de la même façon mais
en prenant 10 cc d'Iodure de Potassium
10 cc d'Iodate de Potassium
10 cc d'Acide sulfurique N/10

Pour 10 cc de $\text{SO}^{4-}_2\text{H}^{2+}_2$ N/10 on doit verser 20 cc d'hyposulfite N/20 -

Tolérance $\pm$ 0,15 cc

Solution N/10

- Peser 85,0 g de Nitrate d'Argent RP dans un becher de 600 -
- Dissoudre à l'eau distillée, passer dans un ballon jaugé de 1000 cc et compléter le volume à l'eau distillée.
- Passer dans la bouteille de 5^l. - ne pas rincer le ballon -
- Ajouter 4^l. d'eau distillée mesurée avec le même ballon jaugé de 1000 cc à chaque fois bien laisser égoutter le ballon, ne jamais rincer -

Vérification du Titre doit toujours être fait de 2 façons -

1e/- Prélever 20 cc de NO_3^+Ag fabriqué dans un erlen de 250 cc

- Ajouter - 5 cc de $\text{NO}_3^+\text{H}_6\text{N}$
 - 3 cc de Nitrobenzène
 - 5 gouttes de Nitrate de Fer

- Bien agiter 2 minutes

Titrer avec une solution de Sulfocyanure d'ammonium N/10 jusqu'à apparition d'une teinte rouge persistante.

- Dans un 2e erlen faire un blanc en plaçant 20 cc d'eau distillée, les mêmes réactifs que ci-dessus et titrer de la même manière -

Vol. SCnAm utilisé pour titrage du Nitrate d'Argent

Vol.	"	"	"	"	du blanc
= 20 cc	±	0,1	cc		

2e/- Prélever 25 cc de NO_3^+Ag dans un becher de 250

- Ajouter 10 cc d'une solution de NaCl à 10 %
- Bien agiter 5 minutes
- Filtrer sur entonnoir de verre frité n°3 préalablement séché à l'étuve et taré -

- Laver abondamment à l'eau distillée (5 fois)
- Sécher à l'étuve
- Peser

- Le poids de précipité doit être de 359 mg ± 2 mg.

Solution N/20

Fabrication est la même, mais peser 42,5 g de Nitrate d'Argent

Vérification du Titre

Opérer strictement de la même façon

- par Volumétrie = doser avec SCnAm N/20

· · · · · -(les doses de réactifs sont les mêmes) -

On doit également obtenir 20 cc $\pm$ 0,1 cc

- par Gravimétrie = Opérer de la même façon mais en partant de 50 cc
de NO³Ag N/20 - le poids de précipité recueilli doit être également
359 mg $\pm$ 2 mg.

Sulfocyanure d'Ammonium
(ou Thiocyanate)

- En raison de l'hygroscopicité de ce sel nous utilisons habituellement des ampoules de Titrisol ou Fixanal renfermant la quantité nécessaire pour 1^{l.} de solution N/10 ou 2^{l.} de solution N/20 -

- Toutefois on peut avoir à préparer des solutions à partir du sel - dans ce cas on fait une 1^e Solution de titre supérieur à celui que l'on désire obtenir - on calcule ensuite la dilution à effectuer -

Préparation de la Solution N/10

- Peser 10 g de Sulfocyanure d'Ammonium dans un becher de 400 cc - dissoudre à l'eau permutée, passer en ballon jaugé de 1000 cc - compléter au volume - bien agiter - Laisser reposer 24h. -

Pour 5^{l.} peser 50 g -

✓ - Mesurer très exactement 20 cc de Solution de Nitrate d'Argent N/20 et les placer dans un erlen de 250 cc - opérer alors comme il est décrit dans la méthode d'analyse du Cl⁻ dans les eaux - Tome II - page 10 - en dosant avec la solution de sulfocyanure à titrer -

- Soit N^{cc} de sulfocyanure utilisés pour 20 cc de NO³Ag N/10 - faire également un essai à blanc comme il est expliqué - soit n^{cc} de Sulfocyanure utilisé pour le blanc

- Calculer $N^{cc} - n^{cc} = (a)$

$$\frac{a \times 1000}{20} = \text{Volume de Sulfocyanure}$$

préparé nécessaire pour confectionner 1^{l.} de Solution N/10 -

On prélève le volume ainsi calculé en mesurant le plus exactement possible (ballons jaugés, pipettes, burette) et le place dans un ballon jaugé de 1^{l.} - on complète le volume au trait de jauge avec de l'eau distillée, agite bien et laisse reposer 2h. avant de titrer à nouveau de la même manière -

Pour 20 cc de NO³Ag N/10 on doit verser 20 cc de SCnAm N/10 -

Tolérance $\pm 0,1 \text{ cc}$

Solution N/20

Opérer de la même façon mais en dissolvant 5 g de Sulfocyanure pour 1^{l.} (ou 25 g pour 5^{l.}) -

On dose de la même façon mais en prenant 20 cc de Nitrate d'Argent N/20 -

Le calcul de dilution est rigoureusement le même -

On vérifie la solution définitive de la même façon =

Pour 20 cc de NO^3Ag N/20 on doit verser 20 cc de SCnAm N/20 -

Tolérance $\pm$ 0,15 cc

- Les solutions préparées à partir d'ampoules de Titrisol ou de Fixanal sont vérifiées de la même façon - La tolérance est la même.-

S.T.--10/

IX	SOLUTIONS TITREES
	Soude

Les cristaux de Soude caustique s'hydratent et se carbonatent avec rapidité nous utilisons en général des ampoules Titrisol ou fixanal pour l'établissement de ces solutions qui sont tout de même vérifiées par dosage acidimétrique, tel qu'il est décrit ci-dessous -

Solution N/10 - C'est la seule employée -

Peser 4^g₅ de Soude caustique (en paillettes, RP) pour 1^{l.} de Solution, soit 23 g pour 5 litres -

Faire dissoudre à l'eau permutée bouillie passer en ballon jaugé, laisser refroidir, compléter au trait de jauge en utilisant toujours de l'eau permutée bouillie - bien agiter - laisser reposer 24h. -

Titrage de la solution

Mesurer très exactement 25 cc de solution à contrôler, les placer dans un erlen de 250 cc - diluer avec 50 cc d'eau permutée, ajouter 3 ou 4 gouttes de solution alcoolique de phenolphthaléine et titrer avec SO_4H^2 N/10 jusqu'à teinte rose persistante -

Calcul et dilution

$$\frac{25 \text{ cc} \times 1000}{n^{\circ} \text{SO}_4\text{H}^2 \text{ N/10 utilisé}} = \text{Volume de Solution}$$

confectionnée nécessaire pour 1^{l.} de Solution N/10

- Prélever de façon très précise la quantité calculée, la placer dans un ballon jaugé de 1^{l.} - compléter le volume avec eau permutée, bouillie - bien agiter -

Titrage de la Solution définitive

Refaire le titrage comme ci-dessus -

Pour 25 cc de NaOH N/10 on doit verser 25 cc de SO_4H^2 N/10

Tolérance $\pm$ 0,1 cc

Attention - Conserver cette solution en flacons bien bouchés - ne remplir pour l'utilisation au laboratoire que de petits flacons de contenance inférieure à 1 litre. -

X	SOLUTIONS TITRÉES
	Acide Sulfurique

On doit faire une première Solution de titre approximatif que l'on dose - on en déduit les quantités à prélever pour établir les diverses Solutions -

I - Solution approximativement N/10

- Remplir une burette de 50 cc d'acide sulfurique concentré, RP -
- Mesurer, dans un bocher de 600cc, 55 cc d'acide sulfurique -
- Ajouter, avec précautions, et en agitant, 300 cc d'eau - Laisser bien refroidir -
- Passer l'acide dilué dans un ballon jaugé de $2^{l.}$ - remplir le ballon d'eau permutée jusqu'au bas du col, bien agiter, laisser reposer jusqu'au lendemain.
- Compléter le volume jusqu'au trait de jauge, agiter longuement pour bien homogénéiser -

Titrage de la Solution approximative

Mesurer très exactement, dans un erlen de 250 cc, 25 cc de solution de Soude N/10 - diluer avec 50 cc d'eau permutée et ajouter 3 ou 4 gouttes de Méthyl orange.

Garnir une burette de la Solution approximativement N/10 d'acide sulfurique et doser jusqu'à virage du jaune au rouge

$$(a) \frac{n^{oo} \text{ de Solution versée } \times 1000}{25} = \text{Volume nécessaire}$$

(en cm³) pour obtenir $1^{l.}$ de Solution N/10

$$(b) \frac{n^{oo} \text{ de Solution versée } \times 1000}{125} = \text{Volume nécessaire}$$

(en cm³) pour obtenir $1^{l.}$ de Solution N/50

II - Solution N/10

Prélever très exactement le volume, déterminé par le calcul (a), de Solution approximative -

Le placer dans un ballon jaugé de $1^{l.}$, compléter le volume au trait de jauge, bien agiter -

Vérification du Titre

Placer dans un erlen de 250 cc, 10 cc de Solution d'Iodure de Potassium (à 10 % dans l'eau), puis 15 cc d'une Solution d'Iodate de Potassium (à 2 % dans l'eau), agiter puis ajouter 10 cc exactement mesurés de Solution d'acide sulfurique à contrôler - une coloration brune apparaît.

Doser avec une solution titrée N/10 d'Hyposulfite de Sodium - quand la Solution atteint une couleur jaune paille, ajouter quelques gouttes d'empois d'amidon - une coloration bleue se développe - Continuer le dosage jusqu'à disparition complète de la coloration bleue -

On doit verser 10 cc de $S^{2-}O_3Na^2$ N/10

Tolérance $\pm$ 0,1 cc

II - Solution N/50

Prélever très exactement le volume, déterminé par le calcul (b), de Solution approximative -

Le placer dans un ballon jaugé de 1^l, compléter le volume au trait de jauge, bien agiter -

Vérification du Titre

Opérer très exactement comme il est indiqué pour la vérification du titre de la Solution N/10 -

Mais ajouter 50 cc de Solution à contrôler, les volumes de réactifs restent les mêmes -

Doser avec $S^{2-}O_3Na^2$ N/10

On doit verser 10 cc d'Hyposulfite

Tolérance $\pm$ 0,1 cc

XI	SOLUTIONS TITREES
	Acide Chlorhydrique

On doit faire une Solution approximativement N que l'on titre - on en déduit les dilutions à faire pour obtenir les Solutions désirées -

I - Solution approximativement N

Mesurer avec un ballon jaugé 100 cc d'acide chlorhydrique RP, les passer dans une fiole jaugée de 1 litre - compléter au trait de jauge avec de l'eau permutée - bien agiter -

Titrage de cette Solution

Calcinier pendant 2h., au four électrique du Carbonate de Sodium anhydre, RP en réglant la température à 250° (ne pas dépasser) -

Laisser refroidir dans un dessiccateur -

Peser rapidement et très exactement 1 g de Carbonate de Sodium desséché - faire dissoudre dans ce moins d'eau possible et doser avec la Solution à contrôler - en présence de méthyl-orange - s'arrêter au virage du jaune au rouge.

Calculs

$$(A) \frac{n^{\text{cc}} \text{ de Solution versée } \times 10.000}{18,87} = \text{Volume de Solution}$$

(exprimé en cc) nécessaire pour faire 1^{l.} de Solution N/10 -

$$(B) \frac{n^{\text{cc}} \text{ de Solution versée } \times 10.000}{18,87 \times 2} = \text{Volume de Solution}$$

(exprimé en cc) nécessaire pour faire 1^{l.} de Solution N/20 -

II - Solution N/10

Mesurer très exactement, dans un ballon jaugé de 1^{l.}, le volume de Solution approximativement N, indiqué par le calcul (A) -

Compléter le volume à 1^{l.} avec de l'eau permutée - bien agiter.

Vérification du Titre

Placer dans un erlen de 250 cc, 20 cc de Solution N/10 de Soude, 50 cc d'eau et 3 ou 4 gouttes de méthyl-orange -

Titrer avec la solution à contrôler jusqu'à virage du jaune au rouge -

On doit verser 20 cc d'HCl N/10

Tolérance $\pm$ 0,1 cc

III - Solution N/20

Placer dans un erlen de 250, 10 cc de Solution N/10 de Soude, 50 cc d'eau et 3 ou 4 gouttes de méthyl-orange -

Titrer avec la Solution à contrôler jusqu'à virage du jaune au rouge -

On doit verser 20 cc d'HCl N/20

Tolérance $\pm$ 0,1 cc

S.T.-5

.. 211 ..

SOLUTIONS TITRES

Chlorure de Baryum N/50

- Peser très exactement 2^g,080 de Chlorure de Baryum RP préalablement séché 2h. à l'étuve à 105° -
- Dissoudre à l'eau distillée - Faire Volume à 1000 cc

Vérification du Titre

- Prélever 10 cc de Solution BaCl_2 N/50, les placer dans un erlen de 250 cc avec 90 cc d'eau distillée
 - dans un 2e erlen prendre 100 cc d'eau distillée
 - dans les 2 erlens ajouter 10 cc d'acide chlorhydrique ~ N - faire bouillir et maintenir 15 minutes à ébullition.
- Refroidir à 60° environ
- Ajouter 10 cc de "tampon ammoniacal pour SO_4^{4-} " et 10 gouttes de Solution de noir ériochrome -
- Titrer par Complexon N/50 jusqu'à virage du rose au bleu -

cc de Complexon N/50 utilisé pour l'erien contenant BaCl^2

cc " " " " " eau distillée seule

$$= 10 \text{ cc} \pm 0,2 \text{ cc}$$

XIII	SOLUTIONS TITREES
	Sulfate d'Ammonium

Solution N/10

Peser très exactement 6^g,625 de Sulfate d'Ammonium RP - (33^g,125 pour 5^{l.})
faire dissoudre à l'eau permutée, passer en ballon jaugé de 1 litre -
compléter le volume - bien agiter -

Attendre 24h. pour le titrage -

Vérification du Titre

Mesurer très exactement 10 cc de Solution à contrôler, placer dans un
appareil à distillation utilisé pour les dosages d'azote -

✓ Opérer le déplacement de NH_4^+ , sa récupération dans l'acide borique et son
titrage par SO_4H^2 N/10 ; en suivant strictement la méthode décrite Tome I,
page 41 -

On doit verser 50 cc de SO_4H^2 N/50

Tolérance $\pm$ 0,2 cc

XIV	SOLUTIONS TITREES
	Fe

- Nettoyer un morceau de fil de clavecin au papier de verre très fin
- Le nettoyer à l'éther
- L'essuyer très soigneusement avec du papier joseph -
- Peser très exactement 1 g
- Mettre le fil pesé dans un becher de 500 forme haute -
- Ajouter 50 cc d'acide chlorhydrique et 25 cc d'eau distillée -
- Couvrir d'un verre de montre
- Chauffer doucement au bain-marie jusqu'à dissolution complète -
- Laisser refroidir - Passer en ballon jaugé d'un litre - Rincer soigneusement le verre de montre et le becher - puis compléter à 1^{l.} avec eau distillée.
- Bien agiter

Cela donne une solution à 1mg/cc de Fe

- Solution à 50 γ/cc de Fe

- Mesurer, avec une pipette, 50 cc de solution de Fe à 1 mg/cc et les passer dans un ballon jaugé de 1^{l.} - ajouter 25 cc d'acide chlorhydrique RP
- Compléter à 1^{l.} avec eau distillée
- Bien agiter

Cela donne une solution à 50 γ/cc de Fe

- Solution à 5 γ/cc de Fe

- Mesurer, avec une pipette, 100 cc de solution de Fe à 50 γ/cc et les passer dans un ballon jaugé de 1^{l.} - ajouter 25 cc d'acide chlorhydrique RP
- Compléter à 1^{l.} avec eau distillée
- Bien agiter

Cela donne une solution à 5 γ/cc de Fe

- Solution à 60 γ/cc de Fe

- Mesurer très exactement, avec une pipette de 50 cc et une pipette de 10 cc, 60 cc de solution de fer à 1 mg/cc - les placer dans un ballon jaugé de 1 litre - ajouter 25 cc d'acide chlorhydrique RP
- Compléter à 1^{l.} avec eau distillée
- Bien agiter

Cela donne une solution à 60 γ/cc de Fe

Vérification du titre de la Solution à 1 mg/cc de Fe

Mesurer très exactement 20 cc de Solution à 1 mg/cc de Fe -

Les placer dans un erlen de 250 cc - ajouter 10 cc d'acide chlorhydrique - Couvrir d'un verre de montre et chauffer jusqu'au voisinage du point d'ébullition - enlever le verre de montre et le rincer avec le moins d'eau possible -

- Réduire alors par une Solution de Chlorure Stanneux ajoutée goutte à goutte jusqu'à décoloration complète - ajouter 2 gouttes en excès -

- Passer la Solution dans un erlen de 500 cc

Laver abondamment le récipient d'attaque, diluer à 300 cc environ avec eau permutée froide -

- Ajouter 15 cc de Chlorure mercurique, 25 cc de mélange Sulfo-phosphorique - et 8 gouttes de Diphenylamine Sulfonate de Baryum -

- Titrer aussitôt avec une Solution de Bichromate de Potassium N/50 jusqu'à virage violet de la Diphenylamine -

On doit verser 17,9 cc de $\text{Cr}^{2+}\text{O}_7^{2-}$ N/50.

Tolérance $\pm$ 0,1 cc

XV	SOLUTIONS TITREES
	TiO ²

- Sécher 24h. à 105° de l'acide titanique RP
- Peser 1 g exactement dans un creuset de platine et fondre avec 3 g environ de Pyrosulfate de Sodium -
- Quand le creuset est bien refroidi passer dans un becher de 250 cc contenant 40 cc de SO_4H^2 au 1/2 + 60 cc d'eau - Dissoudre à froid, couvrir d'un verre de montre. Après 5 à 6h, si la dissolution n'est pas complète chauffer très lentement sur bain sable à faible température pour éviter l'hydrolyse de TiO_2 . La solution doit être parfaitement limpide - si un précipité blanc apparait il faut jeter la solution et recommencer l'opération depuis le début - Quand la dissolution est complète, laisser bien refroidir, passer dans un ballon jaugé de 1^l. - Ajouter 60 cc d'acide sulfurique au 1/2, compléter à 1^l. avec eau distillée - bien agiter pour homogénéiser - On a ainsi une solution à 1 mg/cc -

Solution à 10 %/cc est faite en prélevant 10 cc de solution à 1 mg/cc, en les passant dans un ballon de 1^l. on ajoute 98 cc d'acide sulfurique au 1/2 et compléter à 1^l. avec de l'eau distillée - bien agiter pour homogénéiser -

Vérification du Titre

1 - par Volumétrie

- Prélever 10 cc de Solution à 1 mg/cc de TiO_2 dans un erlen de 500 cc - Ajouter 20 cc de Complexon N/20 - Puis de l'ammoniaque 50 % jusqu'à pH 4,5 (ce que l'on vérifie par des touches au papier indicateur)
- Ajouter alors 30 cc de "Tampon Acétique pour Alumine"
- Diluer de façon à avoir un volume total de 200 cc environ -
- Porter à ébullition et maintenir à douce ébullition durant 15 minutes (de temps à autre ajouter un peu d'eau pour compenser les pertes dues à l'évaporation)
- Laisser bien refroidir, ajouter 100 cc d'alcool à 95° - Réajuster à pH 4,5 à l'aide du "Tampon acétique pour Alumine".
- Ajouter 1 cc environ de solution alcoolique de dithizone
- Titrer avec une solution N/20 de Chlorure de Zinc jusqu'à virage du vert au rose-rouge.
- On doit obtenir 15 cc de Chlorure de Zinc $\pm 0,1$ cc

2e - par Gravimétrie

- Prélever 20 cc de Solution à 1 mg/cc de TiO^2 dans un becher de 250 cc
- Diluer à 100 cc, ajouter 3 gouttes de bleu de bromothymol, puis neutraliser par l'ammoniaque à 50 % jusqu'à virage du jaune au bleu-vert -
- Faire bouillir 10 minutes
- Filtrer sur papier sans cendres bande bleue plissé, laver 3 fois avec de l'eau distillée chaude contenant 10 % de Chlorure d'Ammonium-- bien frotter les parois du becher avec un petit morceau de papier filtre qui est joint au précipité -
- Sécher 1h. à l'étuve et calciner à 800° -
- Peser TiO^2 - On doit obtenir 20 mg $\pm$ 1 mg.

XVI	SOLUTIONS TITREES
	$P^{2}O^{5}$ - PO^{4}

- Solution-mère à 1000 γ /cc $P^{2}O^{5}$

- Sécher à 105° du phosphate monopotassique RP
- Peser 1^g917
- Dissoudre à l'eau
- Faire Vol. à 1^l.

$$\begin{aligned} 1 \text{ cc de cette solution} &= 1000 \gamma P^{2}O^{5} \\ &= 1340 \gamma PO^{4} \end{aligned}$$

- Solution à 100 γ /cc $P^{2}O^{5}$

Prendre 100 cc de solution-mère, diluer à 1000 cc avec eau distillée -

$$\begin{aligned} 1 \text{ cc de cette solution} &= 100 \gamma P^{2}O^{5} \\ &= 134 \gamma PO^{4} \end{aligned}$$

- Solution à 5 γ /cc $P^{2}O^{5}$

Prendre 50 cc de solution à 100 γ /cc, diluer à 1000 cc avec eau distillée -

$$\begin{aligned} 1 \text{ cc de cette solution} &= 5 \gamma P^{2}O^{5} \\ &= 6,7 \gamma PO^{4} \end{aligned}$$

XVII	SOLUTIONS TITRÉES
	Nitrite de Potassium

Solution à 100 ‰/cc de NO²⁻

Ce sel étant très hygroscopique on confectionne une solution approximative que l'on titre -

D'après ce dosage on calcule la dilution nécessaire pour aboutir à la teneur de 100 ‰/cc (100 mg/l) de NO²⁻

Peser 0,5 g de Nitrite de Potassium RP - dissoudre à l'eau permu-
tée, passer en ballon jaugé de 1 litre - Compléter au trait de jauge -
bien agiter -

Doser NO²⁻ par titrage au permanganate de Potassium N/10 en opérant
de la façon suivante.

- On garnit une burette d'acide oxalique N/10
- Dans un erlen de 250 cc on mesure très exactement 10 cc de Permanganate de Potassium N/10 - on ajoute 10 cc d'acide sulfurique 1/2 -
- On ajoute alors dans l'erlen 50 cc exactement mesurés (pipette) de Solution nitrite de Potassium
- Agiter et chauffer à 50° - et maintenir 5 minutes à cette température
- Doser aussitôt avec l'acide oxalique N/10 jusqu'à décoloration complète du permanganate -

Calculs

$$I)- (10 - n^{\text{cc}} \text{ Versés d'acide oxalique}) \times 46 = \text{mg/l de NO}^{2-}$$

$$II)- \frac{100.000}{\text{Titre NO}^{2-} \text{ en mg/l}} = \text{Volume de Solution de Nitrite, en cc,}$$

nécessaire pour 1^{l.} de Solution à 100 ‰/cc de NO²⁻

XVIII	SOLUTIONS TITRÉES
	Nitrate de Potassium

Solution à 100 γ /cc de NO_3^-

Sécher 24h. à l'étuve à 105° environ 2 g de Nitrate de Potassium RP -

Peser très exactement 1 g de Nitrate séché, dissoudre à l'eau distillée, passer en ballon jaugé de 1^l. - compléter au trait de jauge avec eau distillée - bien agiter - Laisser reposer 24h. -

Prélever très exactement (pipette et burette) 163 cc de cette Solution, les passer dans un ballon jaugé de 1^l. et compléter au trait de jauge avec distillée - bien agiter.

Cela donne une Solution à 100 γ /cc de NO_3^-

Vérification du Titre

Prélever 25 cc de Solution les passer dans un ballon jaugé de 50 cc - compléter avec eau permutée - bien agiter - passer cette Solution diluée au Photomètre de flamme pour dosage de K - en utilisant la courbe K-2, la déviation du galvanomètre doit être de 74 divisions $\pm 1,5$

Solution à 2 γ /cc de NO_3^-

Mesurer très exactement 20 cc de la Solution à 100 γ /cc, les passer en ballon jaugé de 1^l. - compléter le volume au trait de jauge avec eau permutée - bien agiter.

Vérification du Titre

Cette Solution, passée au Photomètre de flamme avec étalonnage sur la courbe K-1 - doit donner une déviation du galvanomètre de 23 divisions ± 2 .

XIX	SOLUTIONS TITREES
	Aluminium

I - Solution à 1 mg/cc d'Al ($1.5889 \text{ d'Al}^{203}$)

- a) à partir d'aluminium pur (99,9 %) en fil ou en lames (ne pas utiliser de poudre qui est généralement oxydée et qui est mal commode à attaquer sans risques de pertes) -

Peser 1 g - attaquer par l'acide chlorhydrique - passer en ballon jaugé de 1 litre - compléter le volume avec de l'eau permutée - bien agiter -

- b) à partir de sulfate d'aluminium

Peser 15 g de Sulfate d'aluminium pur, hydraté ($(\text{SO}_4)_3\text{Al}^2, 18\text{H}_2\text{O}$) - dissoudre dans 400 cc d'eau + 20 cc d'acide chlorhydrique - quand la dissolution est terminée ajouter 5 gouttes de bleu de bromothymol, puis de l'ammoniaque diluée (1/3) en agitant constamment et en s'arrêtant lors du virage au bleu-vert du bleu de bromothymol -

Porter à ébullition et y maintenir 10 minutes - filtrer bouillant sur papier à bande rouge, plissé -

Laver 2 fois - calciner à 1100° pendant 1h. - aussitôt l'alumine refroidie peser très exactement 1.5889 dans un creuset de platine - ajouter 10 g de Pyrosulfate de Potassium et fondre sur bec de gaz en chauffant tout doucement, et agitant fréquemment de façon à ne pas perdre de poudre d' Al^{203} avant qu'elle ne soit enrobée par le Pyrosulfate - augmenter ensuite le chauffage jusqu'au rouge blanc et y maintenir jusqu'à fusion parfaite -

Laisser refroidir, faire dissoudre le culot dans 200 cc d'eau + 10 cc d'acide sulfurique au 1/2 - La dissolution est longue, il faut chauffer à 80° environ -

Passer en ballon jaugé de 1^{l} . - compléter au volume avec eau distillée bien agiter - laisser reposer 24h.

Vérification du Titre

Prélever très exactement 10 cc de solution à contrôler, dans un erlen de 750 cc -

Opérer comme il est décrit pour le dosage d' Al^{203} dans les analyses générales (Tome I p. 171) en ajoutant 25 cc de Complexon N/20, neutralisation, tampon-complexion à chaud et titrage -

On doit verser 10,2 cc de Chlorure de Zinc N/20

Tolérance $\pm$ 0,15 cc

II - Solution à 50 γ /cc d'Al

Prélever 50 cc de Solution à 1 mg/cc d'Al, passer en ballon jaugé de 1^l, ajouter 10 cc d'acide sulfurique au 1/2, compléter au trait de jauge avec de l'eau permutée - bien agiter -

III - Solution à 2 γ /cc d'Al (Solution à refaire chaque mois)

Prélever 40 cc de Solution à 50 γ /cc d'Al passer en ballon jaugé de 1^l. - compléter au trait de jauge avec de l'eau permutée - bien agiter -

XX	SOLUTIONS TITREES
	Sodium (pour Photométrie de Flamme)

Solution à 1 mg/cc de Na

- Sécher 48h. à l'étuve à 105° 10 g environ de Chlorure de Sodium RP anhydre -
- Peser très exactement 2^g,543 de Chlorure de Sodium séché dissoudre à l'eau permutée, passer en ballon jaugé de 1 litre - compléter au trait de jauge avec de l'eau distillée - agiter très longuement -

Vérification du Titre

Prélever 20 cc de Solution à 1 mg /cc de Na, les passer dans un erlen de 350 cc et opérer le dosage de Cl selon la méthode décrite, Tome II page 10, en ajoutant 25 cc de NO³Ag N/20, on doit verser 7,6 cc de SCNAm N/20.

Tolérance $\pm$ 0,1 cc

Solution à 100 ‰/cc de Na

- Prélever 100 cc de Solution à 1 mg/cc, passer en ballon jaugé de 1^l. - compléter au trait de jauge avec de l'eau permutée - bien agiter -

Solution à 200 ‰/cc de Na

- Prélever 200 cc de Solution à 1 mg/cc, passer en ballon jaugé de 1^l. - compléter au trait de jauge avec de l'eau permutée - bien agiter -

Etablissement de la courbe Na n°1

Préparer les Solutions suivantes par dilutions de la Sol.^{on} à 100 ‰/cc =

Solution n°	Titres des Solutions	Volume de Solu- tion à 100 ‰/cc à prélever	
1	0 ‰/cc	0 cc	
2	5	5	
3	10	10	
4	15	15	
5	20	20	
6	25	25	
7	30	30	
8	35	35	
9	40	40	
10	45	45	
11	50	50	

Passer en fioles jaugées de 1
100 cc et ajouter eau permutée
pour compléter au trait de jauge -

Bien agiter -

Etalonner le photomètre de flamme en utilisant la Solution n°1 (0 γ /cc) pour le réglage du 0 et la Solution n°11 (50 γ /cc pour le réglage du 100 -

Quand ces deux points sont bien stables effectuer les mesures de toutes les Solutions - Ces lectures sont refaites une 2e fois, elles ne doivent pas être différentes de $\pm 0,5$ divisions - les solutions sont ensuite jetées.

Le lendemain on refait les solutions n°1 à 11 - les lectures opérées de la même façon ne doivent pas être différentes de ± 1 division de celles de la veille -

Quand ces mesures correspondent bien on trace la courbe en portant en ordonnées les lectures du galvanomètre (le 0 en bas) et en abscisses les teneurs en γ /cc de 0 (à gauche) à 50 -

Etablissement de la courbe Na n°2

Préparer les solutions suivantes par dilution de la Solution à 200 γ /cc =

Solution n°	Titres des Solutions	Volume de Solu- tion à 200 γ /cc à prélever	
12	0 γ /cc	0 cc	Passer en fioles jaugées de 100 cc et ajouter eau permutée pour compléter au trait de jauge - Bien agiter.
13	10	5	
14	20	10	
15	30	15	
16	40	20	
17	50	25	
18	60	30	
19	70	35	
20	80	40	
21	90	45	
22	100	50	

Etalonner le photomètre de flamme en utilisant la Solution n°12 (0 γ /cc) pour le réglage du 0 et la Solution n°22 (100 γ /cc) pour le réglage du 100 -

Quand ces deux points sont bien stables effectuer les mesures de toutes les Solutions - Les lectures sont refaites une 2e fois, elles ne doivent pas être différentes de $\pm 0,5$ divisions - les Solutions sont ensuite jetées -

Le lendemain on refait les Solutions n^o 12 à 22 - les lectures opérées de la même façon, ne doivent pas être différentes de ± 1 division de celles de la veille -

Solution pour étalonnage

Préparer à partir des Solutions à 100 et 200 γ /cc =

Titre de la Solution pré- parée	Solution à 100 γ /cc Na	Solution à 200 γ /cc Na	Faire volume à 1 litre et conserver en flacons de polyéthylène -
20 γ /cc	200 cc	—	
35	350 cc	—	
40	—	200 cc	
70	—	350 cc	

XXI	SOLUTIONS TITREES
	Potassium (pour Photométrie de Flamme)

Solution à 1 mg/cc de K

Faire sécher 48h. à l'étuve à 105° du Chlorure de Potassium RP -

Peser très exactement 1,910 de Chlorure de Potassium séché, faire dissoudre à l'eau permutée, et passer en ballon jaugé de 1 litre - compléter au trait de jauge et bien agiter -

Vérification du Titre

Prélever 20 cc de Solution à 1 mg/cc de K, les passer dans un erlen de 350 cc et opérer le dosage de Cl selon la méthode décrite, Tome II page 10, en ajoutant 20 cc de NO_3Ag N/20, on doit verser 9,75 de SCnAm N/20 -

Tolérance $\pm$ 0,1 cc

Solution à 50 ‰/cc de K

Mesurer très exactement 50 cc de Solution à 1000 ‰/cc passer en ballon jaugé de 1 litre - compléter au trait de jauge avec de l'eau permutée - bien agiter - faire 4 litres de cette Solution - les mélanger dans un grand flacon - bien agiter -

Solution à 200 ‰/cc de K

Mesurer très exactement 200 cc de Solution à 1000 ‰/cc passer en ballon jaugé de 1 litre - compléter au trait de jauge avec de l'eau permutée - bien agiter -

Etablissement de la Courbe K n°1

Solution n°	Titres des Solutions	Volume de Solution K- 50 ‰/cc à prélever	
1	0 ‰/cc	0 cc	Passer en fioles jaugées de 100 cc et ajouter de l'eau permutée pour compléter au trait de jauge - bien agiter -
2	1	2 cc	
3	2	4 cc	
4	3	6 cc	
5	4	8 cc	
6	5	10 cc	
7	6	12 cc	
8	7	14 cc	
9	8	16 cc	
10	9	18 cc	
11	10	20 cc	

Etalonner le photomètre de flamme en utilisant la solution n°1 (0 γ /cc) pour le réglage du 0 et la solution n°11 (10 γ /cc) pour le réglage du 100 -

Quand ces deux points sont bien stables, effectuer les mesures de toutes les solutions - ces lectures sont refaites une 2e fois elles ne doivent pas être différentes de $\pm 0,5$ division - les solutions sont ensuite jetées -

Le lendemain on refait les solutions n°1 à 11 - les lectures opérées de la même façon ne doivent pas être différentes de ± 1 divisions de celles de la veille.

Quand les mesures correspondent bien on trace la courbe en portant en ordonnées les lectures du galvanomètre (le 0 en bas) et en abscisses les teneurs en γ /cc de 0 (à gauche) à 10 -

Etablissement de la courbe K - n°2

Préparer les solutions suivantes par dilution de la solution à 200 γ /cc =

Solution n°	Titres des Solutions	Volume de Solution K à 200 γ /cc à prélever	
12	0 γ /cc	0	Passer en fioles jaugées de 100 cc et ajouter de l'eau permutée pour compléter au trait de jauge - Bien agiter -
13	5	2,5	
14	10	5,0	
15	15	7,5	
16	20	10,0	
17	25	12,5	
18	30	15,0	
19	35	17,5	
20	40	20,0	
21	45	22,5	
22	50	25,0	

Etalonner le photomètre de flamme en utilisant la solution n°12 (0 γ /cc) pour le réglage du 0 et la solution n°22 (50 γ /cc) pour le réglage du 100 -

Quand ces deux points sont bien stables, effectuer les mesures de toutes les solutions - les lectures sont refaites une 2e fois, elles ne doivent pas être différentes de $\pm 0,5$ division - les solutions sont ensuite jetées -

Le lendemain on refait les solutions n°s 12 à 22 - les lectures opérées de la même façon ne doivent pas être différentes de ± 1 division de celles de la veille -

Quand les mesures correspondent bien on trace la courbe en portant en ordonnées les lectures du galvanomètre (le 0 en bas) et en abscisses les teneurs en γ /cc de 0 (à gauche) à 50 -

Interférence du Na sur le K

Après de nombreux essais pour des teneurs en K comprises entre 0 et 10 γ/cc , en présence de 200 à 3000 γ/cc de Na, (effectués avec des teneurs croissantes de 200 en 200 γ/cc de Na), nous avons pu délimiter 5 bandes de teneurs Na dans lesquelles les variations d'interférence sont peu sensibles =

n° de la Courbe	Valeurs K γ/cc	Na γ/cc en présence	Valable pour des Teneurs Na		Etalonnage du 100 en présence de Na γ/cc
			de	à	
K - 3	0 à 10 γ/cc	600 γ/cc	200	1000	1000
K - 4-A	0 à 10	1250	1000	1500	2000
K - 4-B	0 à 10	1750	1500	2000	2000
K - 5-A	0 à 10	2200	2000	2400	3000
K - 5-B	0 à 10	2700	2400	3000	3000

pour simplifier l'étalonnage journalier du photomètre le réglage du 0 a toujours été fait avec de l'eau distillée, le tarage du 100 a été effectué avec des solutions suivantes :

Courbe	K - 3	= K = 10 γ/cc	Na = 1000 γ/cc
	K - 4-A	= K = 10	Na = 2000
	K - 4-B	= K = 10	Na = 2000
	K - 5-A	= K = 10	Na = 3000
	K - 5-B	= K = 10	Na = 3000

Solutions "fortes" de Na

On établit les 3 solutions "fortes" suivantes

Na = 1.500 γ/cc

11^g,445 de NaCl desséché dissous à l'eau permutée - Volume amené à 3^l. -

Na = 2.500 γ/cc

31^g,790 de NaCl desséché, dissous à l'eau permutée - Volume amené à 5^l. -

Na = 4.000 g/cc

71^g204 de NaCl desséché, dissous à l'eau permutée - Volume amené à 7^l.--

Etablissement de la Combe K - 3

n° Solution	Titre g/cc	Volume de So- lution à 50 g/cc de K	Volume de Solution à 1500 g/cc de Na	
23	0	0	0 cc	Passer en fioles jaugées de 100 cc et compléter au trait de jauge avec eau permutée - bien agiter -
24	0	0	40	
25	1	2	40	
26	2	4	40	
27	3	6	40	
28	4	8	40	
29	5	10	40	
30	6	12	40	
31	7	14	40	
32	8	16	40	
33	9	18	40	
34	10	20	40	
35	10	20	66,7	

L'étalonnage du photomètre est fait en utilisant la solution n°23 (0 g/cc) pour le réglage du 0 et la solution n°35 (10 g/cc K + 1000 g/cc Na) pour le réglage du 100 -

Quand ces deux points sont bien stables on opère comme il est expliqué pour les courbes précédentes (p. 200), mais les résultats des Solutions n°23 et 35 ne sont pas portés sur la courbe -

Etablissement de la Courbe K - 4-A

n° Solution	Titre K g/cc	Volume de Solution à 50 g/cc de K	Volume de Solution à 2500 g/cc de Na	
36	0 g/cc	0 cc	0 cc	Passer en fioles jaugées de 100 cc et compléter au trait de jauge avec eau permutée - bien agiter -
37	0	0	50	
38	1	2	50	
39	2	4	50	
40	3	6	50	
41	4	8	50	
42	5	10	50	
43	6	12	50	
44	7	14	50	
45	8	16	50	
46	9	18	50	
47	10	20	50	
48	10	20	50 cc de Sol ^{on} à 4000 g/cc de Na	

L'étalonnage du photomètre de flamme est fait en utilisant la Solution n°36 (0 g/cc) pour le réglage du 0 et la Solution n°48 (10 g/cc K + 2000 g/cc Na) pour le réglage du 100 -

Quand ces deux points sont bien stables, on opère comme il est expliqué pour les courbes précédentes (p. 200), mais les résultats des Solutions n°36 et 48 ne sont pas portés sur la courbe -

Etablissement de la Courbe K - 4-B

n° Solution	Titre K g/cc	Volumé de Solution à 50 g/cc de K	Volumé Solu- tion à 2500 g/cc de Na	
49	0	0	0	Passer en fioles jaugées de 100 cc et compléter avec eau permutée jusqu'au trait de jauge - Bien agiter -
50	0	0	70 cc	
51	1	2	70	
52	2	4	70	
53	3	6	70	
54	4	8	70	
55	5	10	70	
56	6	12	70	
57	7	14	70	
58	8	16	70	
59	9	18	70	
60	10	20	70	
61	10	20	50 cc de Sol ^{on} à 4000 g/cc de Na	

L'étalonnage du photomètre de flamme est fait en utilisant la Solution n°49 (0 g/cc) pour le réglage du 0 et la Solution n°61 (10 g/cc K + 2000 g/cc Na) pour le réglage du 100 -

Quand ces deux points sont bien stables, on opère comme il est expliqué pour les courbes précédentes (p. 200), mais les résultats des Solutions n°s 49 et 61 ne sont pas portés sur la courbe -

Etablissement de la Courbe K - 5-A

n ^o Solution	Titre K g/cc	Volume de Solution à 50 g/cc de K	Volume de Solution à 4000 g/cc de Na	
62	0	0	0	Passer en fioles jaugées de 100 cc et compléter au trait de jauge avec eau permutée - Bien agiter -
63	0	0	55	
64	1	2	55	
65	2	4	55	
66	3	6	55	
67	4	8	55	
68	5	10	55	
69	6	12	55	
70	7	14	55	
71	8	16	55	
72	9	18	55	
73	10	20	55	
74	10	20	75	

L'étalonnage du photomètre de flamme est fait en utilisant la Solution n^o62 (0 g/cc) pour le réglage du 0 et la Solution n^o74 (10 g/cc K + 3000 g/cc Na) pour le réglage du 100 -

Quand ces deux points sont bien stables, on opère comme il est expliqué pour les courbes précédentes (p. 200), mais les résultats des Solutions n^{os} 62 et 74 ne sont pas portés sur la courbe -

Etablissement de la Courbe K - 5-B

n° Solution	Titre K g/cc	Volume de Solution à 50 g/cc de K	Volume de Solution à 4000 g/cc de Na	
75	0	0	0	Passer en fioles jaugées de 100 cc et compléter au trait de jauge avec eau per- mutée - Bien agiter -
76	0	0	67,5	
77	1	2	67,5	
78	2	4	67,5	
79	3	6	67,5	
80	4	8	67,5	
81	5	10	67,5	
82	6	12	67,5	
83	7	14	67,5	
84	8	16	67,5	
85	9	18	67,5	
86	10	20	67,5	
87	10	20	75	

L'étalonnage du photomètre de flamme est fait en utilisant la Solution n°75 (0 g/cc) pour le réglage du 0 et la Solution n°87 (10 g/cc K + 3000 g/cc Na) pour le réglage du 100 -

Quand ces deux points sont bien stables on opère comme il est décrit pour les courbes précédentes (p. 200), mais les résultats des Solutions n°s 75 et 87 ne sont pas portés sur la courbe -

Solutions pour réglage du photomètre et vérification des Courbes - Mesurer les volumes de Solution-mère le plus exactement possible - compléter avec eau permittée - bien agiter - conserver en flacons de polyéthylène -

Références des Solutions	Solution K à 50 γ/cc	Solution K à 200 γ/cc	Solution Na à 1500 γ/cc	Solution Na à 2500 γ/cc	Solution Na à 4000 γ/cc	Compléter le Volume avec eau permittée
K n°1 - 10 γ/cc (Réglage du 100)	200 cc					1000 cc
K n°1 - 3 γ/cc	60 cc					1000 cc
K n°1 - 7 γ/cc	140 cc					1000 cc
K n°2 - 50 γ/cc (Réglage du 100)		250 cc				1000 cc
K n°2 - 15 γ/cc		75 cc				1000 cc
K n°2 - 35 γ/cc		175 cc				1000 cc
K n°3 - 10 γ/cc (Réglage du 100)	200 cc		667 cc			1000 cc
K n°3 - 3 γ/cc	60 cc		400 cc			1000 cc
K n°3 - 7 γ/cc	140 cc		400 cc			1000 cc
K n°4-A 10 γ/cc ou 4-B (Réglage du 100)	200 cc				500 cc	1000 cc
K n°4-A 3 γ/cc	60 cc			500 cc		1000 cc
K n°4-A 7 γ/cc	140 cc			500 cc		1000 cc
K n°4-B 3 γ/cc	60 cc			700 cc		1000 cc
K n°4-B 7 γ/cc	140 cc			700 cc		1000 cc
K n°5-A 10 γ/cc ou 5-B (Réglage du 100)	200 cc				750 cc	1000 cc
K n°5-A 3 γ/cc	60 cc				550 cc	1000 cc
K n°5-A 7 γ/cc	140 cc				550 cc	1000 cc
K n°5-B 3 γ/cc	60 cc				675 cc	1000 cc
K n°5-B 7 γ/cc	140 cc				675 cc	1000 cc

M. GOUZY

**L'ANALYSE DES SOLS,
EAUX et VÉGÉTAUX AU
CENTRE ORSTOM DE LOMÉ**

**TOME III
COMPLEMENTS**

OFFICE DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE ET TECHNIQUE OUTRE-MER

CENTRE DE LOMÉ



L'ANALYSE DES SOLS
EAUX ET VETEG AUX
AU CENTRE O.R.S.T.O.M. DE LOME

TOME III

—

C O M P L E M E N T S

Depuis la publication de notre rapport sur "les analyses de Sols, Eaux et Végétaux au Centre ORSTOM de Lomé" nous avons pu, grâce à la réception d'un spectro-photomètre Jean et Constant, appliquer de nouvelles méthodes plus rapides et plus précises qui font l'objet de ce "complément" -

(Nous avons travaillé sur le dosage colorimétrique de la silice combinée dans les analyses générales, mais ce travail n'est pas encore suffisamment au point pour permettre une utilisation courante).

Nous avons sur le plan "Organisation" du laboratoire précisé l'élaboration du rapport mensuel et le calcul des valeurs d'analyses - malgré son apparente complexité ce rapport s'exécute très facilement et très rapidement - il permet, à notre avis, de bien préciser l'activité du laboratoire et d'évaluer avec une bonne exactitude le prix de revient de chaque dosage -

Enfin quelques erreurs de frappe s'étant glissées dans notre rapport, nous nous en excusons et publions, dans ce fascicule, les diverses corrections à apporter -

M. GOUZY
Lomé - Juin 1967

TABLE DES MATIERES

III

<u>ERRATA</u>	1
<u>1e partie "Organisation du Laboratoire"</u>	2
- Magasin de produits chimiques et matériel courant - Contrôle du stock et commandes	3
- Rapport mensuel	5
<u>2e partie "Analyse des Sols"</u>	25
- Fer libre - mesure spectrophotométrique	26
- Phosphore total - Colorimétrie du phosphomolybdovanadate	28
- Phosphore assimilable - mesure spectrophotométrique	34
- Titane dans les analyses générales - mesure spectrophotométrique	35
- Manganèse dans les analyses générales - mesure spectrophotométrique	38
<u>3e partie "Analyse des Eaux"</u>	39
- Cl^- - Colorimétrie du ferrithiocyanate	40
- SO_4^{4-} - Turbidimétrie de $\text{SO}_4^{4-}\text{Ba}$	46
- NO_2^- très faibles teneurs	51
- SiO_2 Colorimétrie de l' ~~silico~~ -molybdate	56
- Agressivité	62
- Dureté totale	67
<u>4e partie "Analyse des Végétaux"</u>	71
- Phosphore - Colorimétrie du phosphomolybdovanadate	72
<u>5e partie "Solutions Titrées"</u>	78
- SO_4^{4-}	79
- Cl^-	80
- SiO_2	81

E R R A T A

TOME I

page 46 = 5e ligne "en ballon jaugé de 5^{l.} et compléter"
20e ligne "peser 100 g de bichromate"

page 91 = 2e paragraphe "teneur en meq/100..."

a) conditions habituelles Na = $\frac{\text{teneur } \text{g/cc}}{46}$

K = $\frac{\text{teneur } \text{g/cc}}{78}$

page 184 = 2e ligne : $\frac{0,0142 \times \text{divisions pour } \dots}{N \text{ divisions } \dots}$

dernière ligne : $\frac{0,710 \times n \text{ divisions } \dots}{N \text{ divisions}}$

TOME II

page 43 = après la 15e ligne "agiter vivement les tubes" compléter =
"attendre 10 minutes, ajouter 1 cc d'ammoniaque au 1/2 - agiter" -

page 51 = dernière ligne = 0 mg/litre

page 163 = 4e ligne : 1^{l.} de Solution N/20 soit..."

page 196 = 2e ligne : sécher 48h. à l'étuve à 180°

page 199 = 2e ligne : sécher 48h. à l'étuve à 180°

1ère PARTIE

ORGANISATION DU LABORATOIRE

C O M P L E M E N T

III - Contrôle des dépenses de Produits Chimiques -

Commandes et Situation du Stock

-***-

Commandes

En raison du faible volume de rangement du magasin les commandes sont effectuées chaque trimestre -

- Voir, d'après le planning de travail des mois à venir, les commandes supplémentaires à effectuer -
- Commander tous les articles dont la "fiche magasin" indique une réserve inférieure au "stock d'alerte" (recto de la "fiche magasin" rouge pour les produits, jaune pour le matériel) -
- Toutes indications de :
 - Fournisseur
 - Références
 - Flaconnage
 - Prix des dernières livraisons

sont indiquées sur le recto de cette même fiche.

- Chiffrer la proposition commande d'après ces indications et la transmettre à la direction, garder un double.
- Quand la commande est passée, le secrétariat en transmet une copie au laboratoire -

à ce moment :

- Noter sur les "fiches magasin" les commandes effectuées
- Classer dans le dossier "Commandes en cours" en y agrafant le double de la proposition de commande -
- Périodiquement vérifier la position des commandes en cours, noter toutes les informations obtenues :
 - Confirmation
 - Facture
 - Date d'embarquement
 - Nom du bateau etc...
- Si nécessaire, relancer les fournisseurs

Réception de la Commande :

- Après déballage et contrôle, noter sur les "fiches magasins" côté recto la réception et les prix (facture), côté verso faire l'entrée correspondante.

..../...

Sorties et situation du stock

- Les sorties du magasin sont effectuées au vu d'un bon signé par le chef de laboratoire.
- Chaque produit ou chaque matériel sortis font l'objet d'un bon, ne jamais grouper plusieurs articles sur le même bon -
- Chaque jour les bons servis sont classés dans un repertoire.
- Chaque fin de mois les bons sont réunis et font l'objet d'une seule sortie sur la "fiche magasin" le nouveau stock est calculé et les indications portées sur les pages 14 et 15 du rapport mensuel -
"Produits et Matériel consommés" -
- Le "Stock d'alerte" noté sur le recto de la "fiche magasin" est recalculé chaque année, il correspond à 4 mois de consommation normale, on ne doit jamais attendre cette limite et faire les commandes en conséquence - Si toutefois ce "Stock d'alerte" était atteint il faudrait effectuer une commande urgente par avion - normalement les reserves devraient être du double du "Stock d'alerte".-

[illegible]

Date	Entrée	Sortie	Stock

Date	Entrée	Sortie	Stock

Date	Entrée	Sortie	Stock

Classement

Autres désignations

Stock d'alerte

Fournisseurs

Références

Flaconnage

En cours

Reception

Date

Quantité

Date

Quantité

Prix unit.

Observations

- RAPPORT MENSUEL D'ACTIVITE -

- Ce document est rédigé chaque mois entre le 1er et le 5 -
- Il indique
 - les demandes d'analyses reçues
 - le travail effectué
 - les dépenses en produits, matériel et main d'oeuvre

La conclusion de ces 3 parties et les observations sur les faits importants -

Le rapport mensuel d'activité est établi en 5 exemplaires :

- 2 pour la Direction (dont 1 est adressé par ses soins à Paris)
- 1 pour les archives du laboratoire
- 1 pour le dossier "Ventilation des rapports mensuels"
- 1 pour les archives personnelles du chef de laboratoire

1e Partie/

Echantillons reçus durant le mois :

pour chaque catégorie

- Sols (p.2)
- Eaux (p.3)
- Végétaux (p.4)
- Divers (p.5)

indique :

- nombre d'échantillons
- détail des analyses
 - par affectation :
 - Togo
 - Dahomey
 - Divers (demandes extérieures et essais Lalo.)
 - Total des 3

Ces chiffres sont relevés dans les dossiers "Demandes d'analyses" de chacune des 4 catégories.

Situation des échantillons (p.6)

Travail à effectuer (A)

- reporter le solde du mois précédent :
 - échantillons en cours d'analyse
 - échantillons en attente
- ajouter les échantillons reçus en cours de mois
(totaux 1e colonnes des p.2, 3, 4, 5)
- effectuer les totaux par catégories horizontalement et verticalement
- les totaux généraux des colonnes verticales et horizontales doivent être égaux.

.../...

Résultats transmis (B)

- d'après les dossiers des bulletins d'analyses

Echantillons en cours d'analyse (C)

- d'après le tableau du planning

Echantillons en attente (D)

- d'après le dossier échantillons en attente :

Effectuer les totaux par catégories horizontalement et verticalement

- les totaux généraux des colonnes verticales et horizontales doivent être égaux
- Vérifier que :

$$A = B + C + D$$

Travail effectué durant le mois

Eléments dosés et leur valeur en T

effectué pour chaque catégorie

- Sols (p.7, 8, 9)
- Eaux (p.10)
- Végétaux (p.11)
- Divers (p.12)
- chiffres relevés sur les "feuilles d'activités" (total des relevés journaliers),
par affectation : Togo
Dahomey
Divers (demandes extérieures et essais Labo)
- chaque dosage est affecté d'une "Valeur T" calculée selon le barème indiqué p.13
du rapport sur les "analyses de Sols, Eaux, Végétaux au Centre ORSTOM de Lomé" -
Le nombre d'éléments multiplié par la "Valeur unitaire T" donne "La Valeur totale
en T" -
- Ces totaux - en éléments
- et en "Valeur T"
sont reportés sur le tableau p.13 "Récapitulation des éléments dosés"

Dépenses effectuées

- Produits chimiques consommés (p.14) avec indication du stock restant en fin de
mois - chiffres obtenus d'après les "bons de sortie" du mois et la position indi-
quée par la fiche de stock,

- Matériel consommé (p.15) uniquement pour le matériel d'usage courant : verrerie, bouchons, etc...) avec indication du stock restant en fin de mois -- chiffres obtenus comme ci-dessus.
- Main d'Oeuvre (p.16) utilisée d'après les feuilles de pointage du mois

Rendement du laboratoire

calculé de 2 façons

- 1e $\frac{\text{nombre d'éléments dosés}}{\text{nombre de journées de travail}}$
- 2e $\frac{\text{"Valeur en T" d'éléments dosés}}{\text{nombre de journées de travail}}$

Travaux spéciaux effectués

Indication des travaux non courants

- essais de laboratoire
- analyses spéciales

Conclusion

Signaler les incidents ou difficultés rencontrés en cours du mois et tout fait méritant d'être signalé -

OFFICE DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE
ET TECHNIQUE OUTRE-MER

CENTRE DE LOME

Laboratoires

--+=+=--

RAPPORT D'ACTIVITE DES LABORATOIRES

DE

PHYSIQUE ET DE CHIMIE

DURANT LE MOIS DE _____

--+=+=+=+=+=--

196

	DIVERS	DAHOMEY	TOGO	
TOTAL				
				Nombre d'échantillons
				Granulométrie
				Stabilité Structurale
				Pernéabilité
				pH
				2,5 2,8 3,0 4,2
				Eau et KCl
				Granulométrie Sables
				C Organique
				N Total
				Matières Humiques Totales
				Acides Humiques
				Bases Echangeables
				Capacité d'Echange
				Bases Totales
				P Total
				P Assimilable
				Fe Total
				Fe Libre
				Fe Ferreux
				Analyses Générales
				Extraction d'Argiles
				Humidité
				CO ³ Ca

Demandes d'analyses d'Eaux

reçues durant le mois de _____ 196__

	Nombre d'échantillons	E L E M E N T S												
		pH	Turbidité	Résistivité	Cl ⁻	SO ⁴⁻⁻	Ca	Mg	Na	K				
TOGO														
DAHOMÉY														
DIVERS														
<u>TOTAL</u>														

reçues durant le mois de _____ 196_____

=====

[illegible]

Demandes d'analyses diverses

reçues durant le mois d _____ 196__

	Nombre d'échantillons	E	L	E	M	E	N	T	S	
TOGO										
DAHOMÉY										
DIVERS										
<u>TOTAL</u>										

Situation des échantillons en fin du
mois d _____ 196__

(A) Travail à effectuer

SOLS	EAUX	VEGETAUX	DIVERS	TOTAL

Solde mois précédent 0

- échantillons en cours d'analyse

- échantillons en attente =

Réception du mois actuel =

Total (A)

(B) Résultats transmis =

(C) Echantillons en cours d'analyse =
en fin de mois

(D) Echantillons en attente =

Total (B) + (C) + (D)

(suite)

DETERMINATIONS	E L E M E N T S				V A L E U R E N T				
	TOGO	DAHO- MEY	DIVERS	TOTAL	VALEUR UNI- TAIRE T	TOGO	DAHO- MEY	DIVERS	TOTAL
Report =									
<u>Fer</u>									
- total					1,4				
- libre (Colorimétrie)					5,8				
- libre (Volumétrie)					6,8				
- ferreux total (Berzélius)									
- ferreux facilement soluble					1,4				
<u>Phosphore</u>									
- total (Gravimétrie)					3,5				
- total (Colorimétrie)					3,2				
- Assimilable					3,0				
<u>Analyses Générales</u>									
SiO ² totale									
- libre					3,6				
- combinée					1,5				
Al ² O ³					1,7				
Fe ² O ³ total					1,1				
CaO					2,0				
MgO					2,1				
TiO ²					1,3				
MnO					1,6				
Na ² O					1,2				
K ² O					1,2				
Perte au feu					0,9				
<u>Calcaire total</u>					1,9				
Totaux à reporter. =									

DÉTERMINATIONS	E L E M E N T S				V A L E U R E N T				
	TOGO	DAHO- MEY	DIVERS	TOTAL	VALEUR UNI- TAIRE T	TOGO	DAHO- MEY	DIVERS	TOTAL
Report =									
Sols Solubles Cl^-					1,3				
SO_4^{--}					2,0				
Salinités Extr. au 1/10					1,4				
<u>Physique</u>									
Eau hygroscopique					0,9				
" de constitution									
<u>Point de Flétrissement</u>									
pF 2,5					1,4				
2,8					1,4				
3,0					1,4				
4,2					1,6				
<u>Perméabilité</u>					5,6				
<u>Stabilité Structurale</u>					7,9				
<u>pH sur Sol frais</u>									
- Eau					1,2				
- KCl					0,6				
<u>pH sur Sol séché</u>									
- Eau					1,1				
- KCl					0,6				
<u>Fractions Granulométr.</u>									
Sur Sol					1,4				
Sur Sables					0,8				
<u>Extraction d'argile</u>					3,9				
<u>Séparation de Sables</u>					3,3				
TOTAUX =									

DETERMINATIONS	E L E M E N T S				V A L E U R E N T				
	TOGO	DAHO- MEY	DIVERS	TOTAL	VALEUR UNI- TAIRE T	TOGO	DAHO- MEY	DIVERS	TOTAL
pH					0,4				
Résistivité					0,4				
Turbidité ^{ons} Préparat. Ech- Solides					2,0				
- avec décantation					1,3				
- sans décantation					1,1				
Cl ⁻ (méth. Volhard)					1,3				
SO ⁴⁻⁻ (colorimétrie)					1,3				
SO ⁴⁻⁻ (Gravimétrie)					2,0				
SO ⁴⁻⁻ (Complexo.)					2,9				
Ca					1,1				
Mg					1,2				
Na					0,7				
K					0,7				
Fe					1,5				
Al					2,2				
TA					1,3				
TAC					1,3				
O dissous					1,2				
Résidu Sec					1,8				
SiO ²					4,5				
PO ⁴⁻⁻⁻					2,1				
Zn					3,3				
NO ³⁻					2,9				
NO ²⁻					2,9				
Agressivité					4,2				
Dureté totale					0,9				
NH ⁴					1,6				
SO ⁴⁻⁻ turbidimétrie					1,3				
CO ³⁻ (Volumétrie)					1,5	les 2 dosages			
CO ^{3H-} (Volumétrie)					0,9	un seul			
TOTAUX =									

Récapitulation des éléments dosés

durant le mois d _____ 196__

	E L E M E N T S				V A L E U R E N T			
	TOGO	DAHOMÉY	DIVERS	TOTAL	TOGO	DAHOMÉY	DIVERS	TOTAL
S O L S								
E A U X								
VEGETAUX								
DIVERS								
<u>T O T A L</u>								

Produits chimiques Consommés durant le mois

d _____ 196__

P R O D U I T S	Consom- mation	Stock	<u>OBSERVATIONS</u>

Main d'Oeuvre utilisée durant le mois

d _____ 196 _____

	Nombre de Personnes	<u>O B S E R V A T I O N S</u> :
- Direction, Surveillance, Travaux spéciaux		
- Analyses courantes		
- Préparation des échantillons.		
- Secrétariat - Magasin		
- Entretien		
<u>TOTAL..=</u>		

Nombre de jours ouvrables =

Nombre de journées d'absence =

Journées de travail en personne/jour =

Rendement

$$\frac{\text{Nombre d'éléments dosés}}{\text{Nombre de journées de travail}} = \frac{\quad}{\quad} = \boxed{\quad}$$

$$\frac{\text{Valeur " T " d'éléments dosés}}{\text{Nombre de journées de travail}} = \frac{\quad}{\quad} = \boxed{\quad}$$

TRAVAUX SPECIAUX EFFECTUES :

CONCLUSIONS :

LOME, le
LE CHEF DE LABORATOIRE DU CENTRE,

2ème PARTIE

ANALYSE DES SOLS

C O M P L E M E N T

ANALYSE DES SOLS

IX

Fe libre (Méthode B.C. Deb.)

B - Teneurs < 6 % de Fe^{2+3}
mesure spectrophotométrique

On opère comme il est indiqué p. 125 T.I. -
les solutions sont ensuite mesurées au spectrophotomètre de la façon suivante :

Conditions : Longueur d'onde = 490 m μ
Sensibilité = 5
Cellule = A
Cuve = 1 Cm

Après 20 minutes de chauffage de l'appareil :

- Réglage du 0 =

- Placer l'aiguille du grand cadran sur 0
- Placer dans le porte-cuves les solutions 0 et "Témoin 3 %/cc"
- Mettre la Cuve 0 sur le trajet du rayon lumineux -
- Régler le milliamperemètre sur 0 grâce aux boutons de réglage électrique (Volet tiré) et optique (Volet ouvert)

Etalonnage du spectrophotomètre

- Présenter alors la Cuve contenant le "Témoin 3 %/cc"
- Ouvrir le volet
- Tourner le bouton du "coin optique" jusqu'à régler le milliamperemètre sur 0 -
- A ce moment bloquer le bouton de commande du "coin optique", puis visser, ou dévisser le bouton de réglage du grand cadran (derrière l'appareil) jusqu'à placer l'aiguille sur 80 -

Contrôle - Tare

- Débloquent alors le bouton de commande du "coin optique", placer sur le trajet lumineux la Cuve 0, de la main gauche tourner, vers l'avant le bouton de la tare T" -
- Manoeuvrer le bouton du coin optique pour équilibrer le millivoltmètre sur la position 0 - noter le chiffre du grand cadran - on doit obtenir 77 ± 1 division -
Si ce contrôle donnait un chiffre différent refaire le tarage et, éventuellement la solution - étalon -
 - L'appareil est alors prêt pour les mesures
 - On laisse en place la Cuve de la Solution 0 ce qui permettra, toutes les 5 mesures, de vérifier la stabilité du 0 -

Mesures

- Placer l'échantillon dans la Cuve, essuyer bien soigneusement les faces transparentes, et placer la Cuve sur le trajet du rayon lumineux - ouvrir le volet - manoeuvrer le bouton de commande du coin optique de façon à amener l'aiguille du milliamperemètre sur 0 - effectuer la lecture -

Transcrire tous les résultats sur la feuille de travail

- Calculs - Le même que celui qui est indiqué p.128 du tome I

ANALYSE DES SOLS

XI

Phosphore total

III - Colorimétrie du Phosphomolybdovanadate

Principe - Après mise en solution par attaque nitrique, on développe, sur une aliquote, le complexe jaune que donne l'acide phosphorique en présence de MO et de V - on opère en milieu perchlorique qui permet de masquer le fer (pour les quantités inférieures à 10 mg de Fe) -

On opère la colorimétrie à 400 $\text{m}\mu$

Précision $\pm 1,62 \%$, soit pour des teneurs $\leq 19 \text{ } \text{‰}$ P^{205} , $\pm 0,31 \text{ } \text{‰}$

Rendement - Un opérateur peut effectuer 30 dosages par jour -

Produits et Matériel nécessaires pour effectuer 1000 dosages à cette cadence :

Produits :

25	Kg	Acide nitrique RP
1100		Filtres "bleu" ϕ 125 mm
14	Kg	Acide perchlorique RP
30	g	Métavanadate de Sodium "pur"
600	g	Molybdate de Sodium "pur"
500	cc	Solution titrée de P^{205} à 100 g/cc

Matériel :

60	Matras de 100 cc
60	Fioles jaugées de 150 cc
32	Fioles jaugées de 100 cc
31	Entonnoirs tige courte ϕ 70 mm
30	Entonnoirs tige longue ϕ 50 mm
200	g - de billes de verre ϕ 5 mm
30	Bechers forme basse de 100 cc
2	Cuves de 2 Cm pour Spectrophotomètre "Jean et Constant"
1	Eprouvette graduée de 20 cc
1	Pipette, 2 traits, de 20 cc
2	Jaugeurs "Héron" 2 x 10 cc
1	Burette de 50 cc au 1/10 de cc
1	Burette de 25 cc "Précision" au 1/20 de cc
60	Bouchons "Rhodorsil" ϕ infér. 14 mm
32	Bouchons "Rhodorsil" ϕ infér. 12 mm

PREPARATION DES SOLUTIONS	- S O L S - VEGETAUX
	$P^{2}O^{5}$ Colorimétrie du PhosphomolybdoVanadate

Métavanadate de Sodium

Peser $2,500$ g de métavanadate de Sodium dans un becher de 400 cc - faire dissoudre à l'eau tiède - passer en ballon jaugé de 1^l . - laisser refroidir - Compléter le volume à 1^l . avec eau permutée -

Molybdate de Sodium

Peser 50 g de molybdate de Sodium dans un becher de 600 cc - faire dissoudre à l'eau tiède -

Passer en ballon jaugé de 1^l . - Laisser refroidir - Compléter à 1^l . avec eau permutée -

Conserver en flacon de verre jaune

Solution étalon de $P^{2}O^{5}$ à 100 γ /cc (Voir à Sol^{ons} Titrées)

METHODE D'ANALYSE	S O L S.
	P^{205} Total Colorimétrie du Phospho- molybdovanadate

Mise en Solution

- Peser 0,5 g de sol broyé à 0,1 mm dans un matras de 100 cc - ajouter quelques billes de verre et boucher par un entonnoir à longue tige -
- Attaquer par 15 cc d'acide nitrique concentré, sur bain sable, en maintenant à début d'ébullition, pendant 5 h -
- Placer sur des fioles jaugées de 150 cc, un entonnoir et verser le contenu du matras (les billes de verre sont retenues sur l'entonnoir) - bien laver matras et billes de verre - Laisser refroidir et compléter le volume à 150 cc avec de l'eau permutée -
- Filtrer sur sec, ne pas laver -

Développement de la coloration et préparation de l'étalon

- Prélever, dans des bechers de 100 cc, une aliquote de 20 cc - ajouter 6 cc d'acide perchlorique (avec une burette) et porter à ébullition jusqu'à décoloration complète -

Laisser refroidir, passer en ballons jaugés de 100 cc et ajouter dans l'ordre

- 10 cc de métavanadate de Sodium puis, goutte à goutte, et en agitant .

- 10 cc de molybdate de Sodium -

Compléter le volume à 100 cc avec de l'eau permutée, bien agiter -

- de la même façon préparer deux ballons jaugés de 100 cc marqués 0 et étalon dans lesquels ont introduit

- 6 cc d'acide perchlorique

- dans le C= 30 cc d'eau permutée

- dans l'étalon=13 cc très exactement mesurés (avec une burette de précision) de solution titrée à 100 g/cc de P^{205} - + 20cc d'eau permutée.

Agiter, puis ajouter métavanadate et molybdate comme dans les échantillons -

Compléter le volume à 100 cc avec de l'eau permutée - bien agiter

Laisser reposer le tout 1/2 h, puis effectuer la colorimétrie -

.../....

Colorimétrie

Mettre le spectrophotomètre en "chauffage" dès que la coloration a été développée -

- Régler = - la longueur d'onde sur $400 \text{ m}\mu$
- La sensibilité sur 4
- Utiliser des Cuves de 2 Cm
- Cellule A

Réglage du 0

- Placer l'aiguille du grand cadran sur 0
- Placer dans le porte-cuves les solutions 0 et Etalon
- Mettre la Cuve 0 sur le trajet du rayon lumineux -
- Régler le milliamperemètre sur 0 grâce aux boutons de réglage électrique (Volet tiré) et optique (Volet ouvert)

Etalonnage du spectrophotomètre

- Présenter alors la Cuve contenant l'étalon
- Ouvrir le volet
- Tourner le bouton du "coin optique" jusqu'à régler le milliamperemètre sur 0 -
- A ce moment bloquer le bouton de commande du "coin optique", puis visser, ou dévisser le bouton de réglage du grand cadran (derrière l'appareil) jusqu'à placer l'aiguille sur 100 -

Contrôle - Tare

- Débloquer alors le bouton de commande du "coin optique", placer sur le trajet lumineux la Cuve 0, de la main gauche tourner, vers l'avant le bouton de la tare T" -
- Manoeuvrer le bouton du coin optique pour équilibrer le millivoltmètre sur la position 0 - noter le chiffre du grand cadran - on doit obtenir $57,5 \pm 1$ division - Si ce contrôle donnait un chiffre différent refaire le tarage et, éventuellement la solution - étalon -
 - L'appareil est alors prêt pour les mesures
 - On laisse en place la Cuve de la Solution 0 ce qui permettra, toutes les 5 mesures, de vérifier la stabilité du 0 -

Mesures

- Placer l'échantillon dans la Cuve, essuyer bien soigneusement les faces transparentes, et placer la Cuve sur le trajet du rayon lumineux - ouvrir le volet - manoeuvrer le bouton de commande du coin optique de façon à amener l'aiguille du milliamperemètre sur 0 - effectuer la lecture -

Transcrire tous les résultats sur la feuille de travail

CALCUL DES ANALYSES	S O L S
	P^{205} Colorimétrie du Phosphomolybdo- Vanadate

Formule générale

$$\frac{P^{205} \text{ en } \gamma \text{ dans Sol}^{on} \text{ d'étalonnage} \times n \text{ divisions pour éch}^{on} \times \text{Vol. Sol}^{on} \text{ d'attaque}}{N \text{ divisions pour étalon} \times \text{Vol. aliquote en cc} \times \text{P.E. en g} \times 10.000} = P^{205} \%$$

Dans les conditions habituelles

$$\begin{aligned} \text{Etalonnage} &= 13 \text{ cc de Sol}^{on} \text{ à } 100 \gamma / \text{cc de } P^{205} \\ &\text{étalonnage à 100 divisions} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{P.E.} &= 0,5 \text{ g} & \text{Vol. Solution} &= 150 \text{ cc} \\ & & \text{Vol. aliquote} &= 20 \text{ cc} \end{aligned}$$

$$0,0195 \times n \text{ divisions} = P^{205} \%$$

Si aliquote $\neq$ de 20 cc

$$\frac{0,0195 \times 20 \times n \text{ divisions}}{\text{aliquote en cc}} = P^{205} \%$$

[illegible]

ANALYSE DES SOLS

XII

Phosphore Assimilable mesure Spectro-photométrique

Extraction - Préparation de la gamme et développement de la coloration

- Opérer comme il est indiqué p.156 du Tome I -
- Mettre le spectro-photomètre en chauffage 15 minutes avant de développer les colorations.

Régler = La longueur d'onde sur 830 m μ
- La sensibilité sur 5
- Utiliser des Cuves de 2 cm
- Cellule C

Réglage du 0

- Placer l'aiguille du grand cadran sur 0 -
- Placer dans le porte-Cuves les solutions 0 et Etalon -
- Mettre la Cuve 0 sur le trajet du rayon lumineux
- Régler le milliamperemètre sur 0 grâce aux boutons de réglage électrique (volet tiré) et optique (volet ouvert)

Etalonnage du Spectrophotomètre

- Présenter alors la Cuve contenant l'étalon
- Ouvrir ce volet
- Tourner le bouton du "Coin optique" jusqu'à régler le milliamperemètre sur 0 -

A ce moment bloquer le bouton de commande du "coin optique", puis visser, ou dévisser le bouton de réglage du grand cadran (derrière l'appareil) jusqu'à placer l'aiguille sur 60 -

Contrôle - Tare

Débloquer alors le bouton de commande du "coin optique", placer sur le trajet lumineux la Cuve 0, de la main gauche tourner, vers l'avant le bouton de la tare T" -

Manoeuvrer le bouton du coin optique pour équilibrer le millivoltmètre sur la position 0 - noter le chiffre du grand cadran - On doit obtenir 90 ± 5 divisions. Si le contrôle donnait un chiffre différent refaire le tarage et, éventuellement la solution-étalon -

- L'appareil est alors prêt pour les mesures
- On laisse en place la Cuve de la Solution 0 ce qui permettra, toutes les 5 mesures, de vérifier la stabilité du 0 -

Mesures - Placer l'échantillon dans la Cuve, essuyer bien soigneusement les faces transparentes, et placer la Cuve sur le trajet du rayon lumineux - ouvrir le volet - manoeuvrer le bouton de commande du coin optique de façon à amener l'aiguille du milliamperemètre sur 0 - effectuer la lecture -

Transcrire tous les résultats sur la feuille de travail -

Calculs - Opérer comme il est expliqué p.157 du Tome I.

METHODE D'ANALYSE	S	O	L	S
	TiO^2 Analyses Générales Mesures au Spectro- photomètre			

- Prélever 50 cc de la Solution d'attaque dans une fiole jaugée de 100 cc
- Préparation des solutions d'étalonnage -
 - Dans 2 fioles jaugées margées 0 et 30
 - placer environ 50 cc d'eau distillée -
 - ajouter dans le ballon marqué 30, avec une burette de précision, 30 cc de solution étalon de TiO^2 à 1 mg/cc -
- Développement de la coloration -
 - Ajouter dans chaque fiole (étalon et échantillon) =
 - 5 cc d'acide sulfurique au 1/2
 - 5 cc d'acide phosphorique
 - 1 cc d'eau oxygénée à 100 Vol.
- Compléter le Volume à 100 avec de l'eau distillée
- Bien agiter
- Laisser reposer 15 minutes puis effectuer les mesures au spectrophotomètre -

Colorimétrie

- Mettre le spectrophotomètre en "chauffage" avant de développer la coloration -
- Régler = - la longueur d'onde sur 410 m μ
 - la sensibilité sur 5
 - Utiliser des Cuves de 2 Cm
 - Cellule A

Réglage du 0

- Placer l'aiguille du grand cadran sur 0
- Placer dans le porte-cuves les solutions 0 et Etalon
- Mettre la Cuve 0 sur le trajet du rayon lumineux -
- Régler le milliamperemètre sur 0 grâce aux boutons de réglage électrique (Volet tiré) et optique (Volet ouvert)

Etalonnage du spectrophotomètre

- Présenter alors la Cuve contenant l'étalon
- Ouvrir le volet
- Tourner le bouton du "coin optique" jusqu'à régler le milliamperemètre sur 0 -
- A ce moment bloquer le bouton de commande du "coin optique", puis visser, ou placer l'aiguille sur 80 -

Contrôle - Tare

- Débloquent alors le bouton de commande du "coin optique", placer sur le trajet lumineux la Cuve 0, de la main gauche tourner, vers l'avant le bouton de la tare T'' -
- Manoeuvrer le bouton du coin optique pour équilibrer le millivoltmètre sur la position 0 - noter le chiffre du grand cadran - on doit obtenir 89 ± 1 division
Si ce contrôle donnait un chiffre différent refaire le tarage et, éventuellement la solution - étalon.
- L'appareil est alors prêt pour les mesures
- On laisse en place la Cuve de la Solution 0 ce qui permettra, toutes les 5 mesures, de vérifier la stabilité du 0 -

Mesures

- Placer l'échantillon dans la Cuve, essuyer bien soigneusement les faces transparentes, et placer la Cuve sur le trajet du rayon lumineux - ouvrir le volet - manoeuvrer le bouton de commande du coin optique de façon à amener l'aiguille du milliamperomètre sur 0 - effectuer la lecture -

Transcrire tous les résultats sur la feuille de travail.

CALCUL DES ANALYSES	S O L S
	TiO^2 Analyses générales (Lectures au Spectrophotomètre)

Etalonnage de l'appareil = ~~300~~ de solution étalon de $TiO^2_{a/y/cc}$ / Volume 100cc

Formule générale =

$$\frac{3 \times n \text{ divisions pour } \text{échant} \times \text{Vol. dilution en cc} \times \text{Vol. Solu. d'attaque}}{N \text{ divisions pour étalonnage} \times 100 \times \text{Vol.P.E. en cc} \times \text{poids attaqué en g} \times 10} = TiO^2\%$$

Dans les conditions habituelles =

poids attaqué = 1 g
Vol. Solution d'attaque = 500cc
P;E. = 50cc
Volume Dilution = 100cc
Etalonnage = 80 divisions

$N \text{ divisions pour échantillons} \times 0,0375 = TiO^2 \text{ o/o}$

METHODE D'ANALYSE	S	O	L	S
	MnO dans les Analyses Générales mesures au Spectro-photomètre			

- Opérer comme il est expliqué p.183 du Tome I
- Mettre le spectro-photomètre en position "chauffage" 20 minutes avant les lectures -
- Utiliser = Sensibilité = 5
Cellule = A
Cuve = 2 Cm
Longueur d'onde = 546 m μ

Réglage du 0

- Placer l'aiguille du grand cadran sur 0 -
- Placer dans le porte-Cuves les solutions 0 et E de la gamme -
- Mettre la Cuve 0 sur le trajet du rayon lumineux
- Régler le milliamperemètre sur 0 grâce aux boutons de réglages électrique (volet tiré) et optique (volet ouvert)

Etalonnage du Spectrophotomètre

- Présenter alors la Cuve contenant la solution étalon E
 - Ouvrir le volet
 - Tourner le bouton du "coin optique" jusqu'à régler le milliamperemètre sur 0 -
- A ce moment bloquer le bouton de commande du "coin optique", puis visser, ou dévisser le bouton de réglage du grand cadran (derrière l'appareil) jusqu'à placer l'aiguille sur 100 -

Contrôle - Tare

Débloquer alors le bouton de commande du "coin optique", placer sur le trajet lumineux la Cuve 0, de la main gauche tourner, vers l'avant le bouton de la tare "T" -

Manoeuvrer le bouton du coin optique pour équilibrer le millivoltmètre sur la position 0 - noter le chiffre du grand cadran - on doit obtenir une valeur comprise entre 76 et 78 - Si le contrôle donnait un chiffre différent refaire le tarage.

- L'appareil est alors prêt pour les mesures
- On laisse en place la Cuve de la Solution 0 ce qui permettra, toutes les 5 mesures, de vérifier la stabilité du 0 -
- Passer d'abord les solutions N° 1, 2 et 3 de la gamme

Mesures - Placer l'échantillon dans la Cuve, essuyer bien soigneusement les faces transparentes, et placer la Cuve sur le trajet du rayon lumineux - ouvrir le volet - manoeuvrer le bouton de commande du coin optique de façon à amener l'aiguille du milliamperemètre sur 0 - effectuer la lecture -

Transcrire tous les résultats sur la feuille de travail -

3ème PARTIE

ANALYSE DES EAUX

C O M P L E M E N T

ANALYSE DES EAUX

II

Cl^-

par Colorimétrie du Ferrithiocyanate

Principe

Par formation de complexe mercurichlorure, l'ion SCN^- du Thiocyanate mercurique est déplacé et dosé par colorimétrie en présence de Fe^{+++} .

Précision

Dans les conditions habituelles $\pm 1,00\%$
soit, sur des teneurs $\leq 7 \text{ mg/l}$, $\pm 0,7 \text{ mg}$

Rendement - Un opérateur peut effectuer 60 dosages par jour -

Produits et Matériel nécessaires pour 1000 dosages effectués à cette cadence -

Matériel :

- 104 Fioles jaugées de 50 cc "précision"
- 1 Pipette de 2 traits de 25 cc "précision"
- 1 Doseur Héron 2 x 4 cc
- 1 Doseur Héron 2 x 2 cc
- 2 Cuves de 10 Cm pour Spectrophotomètre "Jean et Constant"
- 120 Bouchons "Rhodorsil" ϕ inférieur 10 mm

Produits :

- 5^l de Solution acide de Nitrate de Fer
(35 g de fer pur et 3 l. d'acide nitrique RP)
- 2^l,500 de Solution de Thiocyanate mercurique
(12,5 g de Thiocyanate mercurique)
- 0^l,500 de Solution étalon à 17,7 mg/l de Cl

PREPARATION DES SOLUTIONS	E	A	U	X
	Cl ⁻ par Colorimétrie du Ferri thiocyanate			

Solution Acide de Nitrate de Fer

- Peser 7 g de fer pur dans un becher de 600 cc -
- Attaquer par 100 cc d'acide nitrique RP au 1/2 -
- Recouvrir d'un verre de montre et attaquer très lentement en chauffant au bain sable à douce température -
- Lorsque tout est attaqué, filtrer (il reste toujours quelques milligrammes d'insoluble) -
- Passer en ballon jaugé de 1^l., ajouter 500 cc d'acide nitrique RP concentré et compléter le volume à 1 litre - bien agiter.

Solution Saturée à Thiocyanate de Mercure

- Peser 5 g de Thiocyanate de mercure . en becher de 1^l. - mettre sur agitateur magnétique avec 800 cc environ d'eau permutée et agiter 5 h. - filtrer passer en ballon jaugé de 1 litre - compléter au trait de jauge avec eau permutée -

METHODE D'ANALYSE	E	A	U	X
	Cl^- par Colorimétrie du Ferri thiocyanate			

- Préparer des ballons jaugés de 50 cc en nombre égal à celui des échantillons, plus deux pour l'étalonnage.
- Les laver ~~à l'acide chlorhydrique d'abord, puis,~~ très abondamment, à l'eau distillée -

Solutions d'étalonnage

- Dans les ballons destinés à l'étalonnage marqués O et E, placer =
 - dans le O : 25 cc d'eau permutée
 - dans le E :- 10 cc de Solution étalon de Cl^- à 17,7 mg/l
(mesures avec une pipette de précision)
 - 15 cc d'eau permutée

Développement de la Coloration

- Dans les ballons destinés aux échantillons prélever 25 cc d'eau à analyser
- Ajouter dans chaque ballon (étalonnage et échantillons)
 - 4 cc de Solution acide de nitrate de fer
(mesurés avec doseur héron ou à défaut avec une burette) - agiter -
 - 2 cc de Solution saturée de Thiocyanate de mercure
(mesurés avec un doseur héron ou à défaut avec une burette)
- Compléter à 50 cc avec eau distillée. Agiter - Laisser reposer à l'obscurité

20 minutes -

Colorimétrie

Mettre le spectrophotomètre en "chauffage" dès que la coloration a été développée -

- Régler = La longueur d'onde sur 452,5 μ
- La sensibilité sur 5
 - Utiliser des Cuves de 1 $\frac{10}{4}$ Cm
 - Cellule A

Réglage du 0

- Placer l'aiguille du grand cadran sur 0 -
- Placer dans le porte-Cuves les solutions 0 et Etalon -
- Mettre la Cuve 0 sur le trajet du rayon lumineux
- Régler le milliamperemètre sur 0 grâce aux boutons de réglages électrique (volet tiré) et optique (volet ouvert)

Etalonnage du Spectrophotomètre

- Présenter alors la Cuve contenant l'étalon
- Ouvrir le volet
- Tourner le bouton du "coin optique" jusqu'à régler le milliamperemètre sur 0

A ce moment bloquer le bouton de commande du "coin optique", puis visser, ou dévisser le bouton de réglage du grand cadran (derrière l'appareil) jusqu'à placer l'aiguille sur ~~40~~
90

Contrôle - Tare

Débloquer alors le bouton de commande du "coin optique", placer sur le trajet lumineux la Cuve 0, de la main gauche tourner, vers l'avant le bouton de la tare T " -

Manoeuvrer le bouton du coin optique pour équilibrer le millivoltmètre sur la position 0 - noter le chiffre du grand cadran - on doit obtenir une valeur comprise entre ~~84~~ et ~~84~~ - Si le contrôle donnait un chiffre différent refaire le tarage et, éventuellement la solution - étalon,

- L'appareil est alors prêt pour les mesures
- On laisse en place la Cuve de la Solution 0 ce qui permettra, toutes les 5 mesures, de vérifier la stabilité du 0 -

Mesures - Placer l'échantillon dans la Cuve, essuyer bien soigneusement les faces transparentes, et placer la Cuve sur le trajet du rayon lumineux - ouvrir le volet - manoeuvrer le bouton de commande du coin optique de façon à amener l'aiguille du milliamperemètre sur 0 - effectuer la lecture -

Transcrire tous les résultats sur la feuille de travail -

CALCUL DES ANALYSES	E A U X
	Cl ⁻ par Colorimétrie du Ferrithiocyanate

Formule générale

$$\frac{177 \times n \text{ divisions pour échantillon}}{N \text{ Divisions pour E } \times \text{ PE en cc}} = \text{Cl}^- \text{ g/m}^3$$

Dans les conditions habituelles =

N divisions pour E = 90

P.E. en cc = 25 cc

0,079 x n divisions pour échantillon → Cl⁻ g/m³

0,0022 x " " " " → Cl⁻ éq/m³

445

Cl⁻
Colorimétrie du Ferrithio-
cyanate

Nbre
d'Ech-^{ons} :

Terminé le :

Douces

Saumâtres

TOGO

DAHOMEY

N°	N°
Labo	d'
E- (	ordre

N°
d'
ordre

P.E.
Cm³

Volume
Dilution
Cm³

Lecture
Spectro

Cl⁻
1/Sol^{on}
diluée

$$\text{Cl}^-$$

$$\text{g/m}^3$$
$$\text{eq.}/\text{m}^3$$

OBSERVATIONS

Transcris le :

Relevé d'activité :

ETALONNAGE/

$\Delta = 425 \text{ } 5A^{00}$

$$S = 5$$

Curve = 4 Cm

Cellule = A

0 = 25cc eau per-
mutée

E = 10cc Sol^{on}
étalon Cl⁻

à 17,7 $\frac{3}{4}$ /c

+ 15cc eau per
mutée

Etalonnage

E =
..... division.

Contrôle tare
=

ANALYSE DES EAUX

III

SO⁴—

C - Turbidimétrie (Teneurs < 3 éq./m³)

Principe

Les sulfates sont précipités, en milieu chlorhydrique, à l'état de Sulfate de Baryum - Le précipité est maintenu en suspension homogène, durant un temps suffisant pour permettre les mesures, à l'aide d'une solution de "Tween 20" - (monolaurate de polyhydroxyéthylsorbitol) -

L'intensité du trouble est mesuré au spectrophotomètre à 650 m^μ -

Précision ± 0,5 %/cc entre 4 et 125 g/m³

Rendement Un opérateur bien entraîné peut opérer 60 déterminations par jour

Produits et matériel nécessaires pour 1000 dosages à cette cadence -

Produits

Acide chlorhydrique RP	4 Kg
Chlorure de Baryum RP	60 g
"Tween 20"	120 cc
Solution étalon de SO ⁴ —	1 ^l (5 g de SO ⁴ Na ² , 10H ² O)

Matériel

Fioles jaugées de 50 cc	70
Bouchons plastique n ^o	70
1 Doseur Héron 2 x 2,5 cc	
1 " " 2 x 5 cc	
1 Pipette jaugée (2 traits) de 20 cc	
2 Cuves à faces parallèles de 4 Cm pour spectrophotomètre	

PREPARATION DES SOLUTIONS

E A U X

 SO_4^{4-}
TurbidimétricAcide chlorhydrique à 10 %

- 100 cc d'acide chlorhydrique RP sont placés dans un ballon jaugé de 1^l.
- Compléter avec eau permutée - bien agiter -
- Conserver en flacon de verre jaune

Chlorure de Baryum stabilisé

- Peser dans un becher de 400 cc, 10 g de Chlorure de Baryum RP
 - Passer en ballon jaugé de 1^l.
 - Ajouter 20 cc de "Tween 20"
- Compléter à 1^l avec eau permutée
- Bien agiter

Solution étalon de SO_4^{4-}

- (Voir Solutions Titrées)

METHODE D'ANALYSE	E A U X
	SO ⁴ -- par Turbidimétrie du SO ⁴ Ba

1 - Préparation de la gamme

Dans des fioles jaugées de 50 cc, introduire les quantités suivantes d'eau distillée (mesurée avec une éprouvette) et de solution étalon de SO⁴-- (mesurée très exactement avec une burette de précision) -

Fiole	Eau distillée	Sol ^{on} SO ⁴ -- 100 γ/cc
O	40 cc	0 cc
A	39 cc	1 cc
B	37 cc	3 cc
C	35 cc	5 cc
D	33 cc	7 cc
E	32 cc	8 cc
F	31 cc	9 cc
G	30 cc	10 cc

2 - Développement de la Turbidité

Placer dans des fioles jaugées de 50 cc, La prise d'essai = 40 cc d'eau à examiner -

- mettre le spectrophotomètre en "chauffage"
- Dans l'ensemble des fioles (gamme et échantillons)
- Introduire, avec une burette =
 - 2,5 cc d'acide chlorhydrique à 10 %
 - 5 cc de solution stabilisée de Chlorure de Baryum -
- Compléter le volume à 50 avec de l'eau permutée
- Boucher les fioles
- Agiter énergiquement 20 fois
- Laisser reposer 15 minutes
- Agiter à nouveau 5 fois
- Opérer immédiatement les mesures au spectrophotomètre

3 - Turbidimétrie

- Régler l'appareil sur **650 mμ**
- Sensibilité 5
- Cellule C
- Utiliser les Cuves de 4 Cm
- Régler le 0 avec la solution 0 de la gamme
- Régler le 100 avec la solution G de la gamme
- Passer ensuite les diverses solutions de la gamme puis les échantillons -
- Toutes les 5 mesures vérifier la stabilité du 0
- Noter toutes indications sur la feuille d'analyse.

CALCUL DES ANALYSES	E	A	U	X
	SO_4^{--} par Turbidimétrie de SO_4Ba			

1 - Porter sur une **feuille** de papier millimétré les chiffres obtenus pour les solutions de la gamme -

- horizontalement les divisions du spectrophotomètre

- verticalement les teneurs en SO_4^{--} γ/cc .

2 - Relever les teneurs en γ/cc correspondant aux échantillons - (SO_4^{--} γ/cc dans dilution)

3 -
$$\frac{\text{SO}_4^{--} \gamma/\text{cc dans dilution} \times \text{Vol. Sol}^{\text{on}} \text{ cc}}{\text{P.E. cc}} = \text{SO}_4^{--} \text{ g/m}^3$$

4 -
$$\frac{\text{SO}_4^{--} \text{ g/m}^3}{49} = \text{SO}_4^{--} \text{ éq./m}^3$$

E A U X				Opérateur		Commencé le :		EAUX		O R I G I N E		
SC ⁴⁻⁻ par TURBIDIMETRIE				Nbre d'Ech ^{ons} :		Terminé le :		Douces	Saumâtres	Togo Dahomey Divers		
N ^o Labo.	N ^o d'ordre	P.E. cc	Vol. Sol ^{on} cc	Lecture Spectro.	SO ⁴⁻⁻ γ/cc dans Dilution	SO ⁴⁻⁻ g/m ³	SO ⁴⁻⁻ éq./m ³	OBSERVATIONS		Relevé d'activité :		
										G A M M E		
										D = 6.500 m ^u		
										S = 5		
										Cellule = C		
										Cuve = 4 Cm		
	Fide	SO ⁴⁻⁻ γ/cc	cc SO ⁴⁻⁻ 100 γ/cc	Lecture Spectro.								
	O	0	0									
	A	2	1									
	B	6	3									
	C	10	5									
	D	14	7									
	E	16	8									
	F	18	9									
	G	20	10									

ANALYSE DES EAUX

VI (b)

NO^2 - Faibles teneurs

Principe

La méthode indiquée p.41 du T 2 est également applicable à de très faibles teneurs :

0,03 à 0,3 mg/l de NO^{2-} -

- La coloration est stable durant plusieurs heures
- L'absorption est parfaitement linéaire.

Précision - $\pm 1,2 \%$

Rendement - Un opérateur pour effectuer 50 mesures par jour -

Produits et matériel nécessaires pour 1000 dosages

Produits :

3,5 Kg chlorure d'ammonium RP
80 g d'acide sulfanilique
100 g de phenol
1,500 d'acide chlorhydrique RP
3^{l.} d'ammoniaque RP
1200 papiers filtres plissés
qualité "Super" de Durieux ϕ 125 mm

Matériel :

50 entonnoirs ϕ 70 mm
52 bechers de 100 cc forme basse
1 doseur Héron 2 x 10 cc
1 " " 2 x 5 cc
52 verres de montre ϕ 55 mm
1 pipette 2 traits de 50 cc
3 Cuves de 4 cm pour spectrophotomètre Jean et Constant

METHODE D'ANALYSE	E A U X
	NO_2^- Faibles teneurs par Spectro-photométrie

Opérer sur eau filtrée

Préparation des Etalons

Dans 2 bechers de 100 cc marqués O et E, placer :

O = 50 cc d'eau permutée exactement mesurés

E = 10 cc de Solution étalon à 1,5 %/cc de NO_2^-

Développement de la coloration

- Prélever 50 cc d'eau à examiner dans des bechers de 100 cc
- Dans les bechers étalons et dans les échantillons, ajouter
 - 10 cc de réactif sulfanilique - bien agiter.
attendre 10 minutes, puis ajouter
 - 5 cc d'ammoniaque au 1/2
- bien agiter
- attendre 15 minutes

Spectrophotométrie

- mettre l'appareil en "chauffage" avant de développer les colorations
- opérer les réglages =
 - Longueur d'onde = 430 m μ
 - Sensibilité = 4
 - Cellule = A
Utiliser les Cuves de 4 Cm

Réglage du 0

- Placer l'aiguille du grand cadran sur 0
- Placer dans le porte-cuves les solutions O et E
- Mettre la Cuve O sur le trajet du rayon lumineux
- Régler le milliamperemètre sur 0 grâce aux boutons de réglage électrique (Volet tiré) et optique (volet ouvert)

.../...

Etalonnage du spectrophotomètre

- Présenter alors la Cuve contenant la solution E
- Ouvrir le volet
- Tourner le bouton du "coin optique" jusqu'à régler le milliamperemètre sur 0 -
- A ce moment bloquer le bouton de commande du "coin optique", puis visser, ou dévisser le bouton de réglage du grand cadran (derrière l'appareil) jusqu'à placer l'aiguille sur 100 -

Contrôle - Tare

- Débloquer alors le bouton de commande du "coin optique", placer sur le trajet lumineux la Cuve 0, de la main gauche tourner, vers l'avant le bouton de la tare T" -
- Manoeuvrer le bouton du coin optique pour équilibrer le millivoltmètre sur la position - 0 - noter le chiffre du grand cadran - on doit obtenir 93 ± 1 division - Si ce contrôle donnait un chiffre différent refaire le tarage et, éventuellement la solution - étalon -
 - L'appareil est alors prêt pour les mesures
 - On laisse en place la Cuve de la Solution 0 ce qui permettra, toutes les 5 mesures, de vérifier la stabilité du 0 -

Mesures -

Placer l'échantillon dans la Cuve, essuyer bien soigneusement les faces transparentes, et placer la Cuve sur le trajet du rayon lumineux - ouvrir le volet - manoeuvrer le bouton de commande du coin optique de façon à amener l'aiguille du milliamperemètre sur 0 - effectuer la lecture -

CALCUL DES ANALYSES	E A U X
	NO^{2-} Faibles teneurs par Spectro-photométrie

Formule générale

$$\frac{\text{Teneur étalon en } \gamma \text{ X n divisions pour éch}^{\text{on}}}{\text{N divisions pour Étalon X P. E. en cc}} = \text{NO}^{2-} \text{ g/m}^3$$

Dans les conditions habituelles =

Étalon = 15 γ

N divisions pour étalon = 100

P. E. = 50 cc

$$0,003 \text{ X n divisions pour éch}^{\text{on}} = \text{NO}^2 \text{ mg/l.}$$

ANALYSE DES EAUX

VIII (b)

SiO_2 par Spectrophotométrie
de l'~~α~~silico-molybdate

Principe

Les ions silicate SiO_3^{2-} donnent avec les molybdates alcalins un complexe silico-molybdate de couleur jaune $\text{Si}(\text{Mo}^{12}\text{O}_{40})_4^{6-}$

Deux formes ~~α~~ et ~~β~~ de ce complexe peuvent exister -

Nous avons choisi d'opérer avec la forme ~~α~~ qui est plus stable mais dont la coloration est un peu moins sensible -

Le complexe est formé en milieu perchlorique et la forme ~~α~~ est obtenue par chauffage jusqu'à ébullition.

La colorimétrie est effectuée à $377,5 \text{ m}^\mu$ car notre spectrophotomètre ne nous permet pas de mesures dans l'ultra-violet -

Précision $\pm 1,35 \%$ soit, pour une teneur moyenne de $20 \text{ mg/l} \pm 0,27$

Rendement - Un opérateur peut effectuer 50 dosages/jour.

Produits et Matériel nécessaires pour 1000 dosages à cette cadence :

Produits :

4 Kg Acide perchlorique RP
250 g Molybdate d'ammonium RP
200 cc Solution titrée SiO_2 à 1 mg/cc

Matériel

55 Bechers de 100 cc
55 Ballons jaugés de 100 cc
55 Bouchons "Rhodorsil" ϕ infér. 12 mm
3 Cuves $L = 1 \text{ cm}$ pour spectrophotomètre Jean et Constant
1 Jaugeur Héron de 12 cc
1 Pipette "précision" 2 traits de 50 cc

PREPARATIONS DES SOLUTIONS	E A U X
	Si O ₂ Colorimétrie de l'Asilico Molybdate

-- Molybdate d'Ammonium

Peser 17 g. de Molybdate d'Ammonium R.P. et faire dissoudre à l'eau permutée tiède - passer en ballon jaugé de 1 litre et compléter le volume à froid avec de l'eau permutée.

-- Mélange Molybdate + Acide perchlorique
à ne pas conserver plus de 3 jours

dans un flacon de 1 litre 1/2 verser :

-- 1 litre de Molybdate d'Ammonium

-- 200cc d'Acide perchlorique R.P.

METHODE D'ANALYSE	E A U X
	SiO ₂ Colorimétrie de 1' ~~X~~ silico Molybdate

Préparation de la gamme

- Mesurer dans 5 bechers de 100cc, les quantités suivantes :
- de solution étalon de SiO₂ à 1 mg/cc, à l'aide d'une microburette de 2cc -
- d'eau permutée, avec une éprouvette graduée de 50cc

N°	Solution étalon de SiO ₂ à 1 mg/cc	Eau permutée	
0	0	50cc	
1	0,5	49,5	
2	1,0	49,0	bien agiter
3	1,5	48,5	
4	2,0	48,0	

Développement de la coloration

- Prélever avec une pipette, 50cc d'eau à examiner, les placer dans des bechers de 100cc
- Ajouter dans chaque becher d'échantillons et de la gamme, 12cc de mélange Molybdate - Acide perchlorique, mesurés avec un jaugeur Héron ou à défaut à l'aide d'une burette.
 - Bien agiter, chauffer sur plaque jusqu'à ébullition.
 - Aussitôt que l'ébullition est atteinte, descendre les bechers de la plaque et laisser refroidir -
 - passer en ballons jaugés de 100cc compléter le volume, à froid avec de l'eau permutée et effectuer aussitôt la colorimétrie.

Colorimétrie

Mettre le spectrophotomètre en " chauffage " dès que la mélange molybdate - Acide a été ajouté.

Régler = La longueur d'onde sur 377,5 mμ

- La sensibilité sur 1
- Utiliser des Cuves de 1 Cm
- Cellule A
- Tirer le bouton de gauche, marqué
4.000 A°

.../...

Réglage du 0

- Placer l'aiguille du grand cadran sur 0 -
- Placer dans le porte-Cuves les solutions 0 et n° 4 de l'étalon -
- Mettre la Cuve 0 sur le trajet du rayon lumineux
- Régler le milliamperemètre sur 0 grâce aux boutons de réglages électrique (volet tiré) et optique (volet ouvert)

Etalonnage du Spectrophotomètre

- Présenter alors la Cuve contenant la solution n° 4 de la gamme
- Ouvrir le volet
- Tourner le bouton du "coin optique" jusqu'à régler le milliamperemètre sur 0 -

A ce moment bloquer le bouton de commande du "coin optique", puis visser, ou dévisser le bouton de réglage du grand cadran (derrière l'appareil) jusqu'à placer l'aiguille sur 100

Contrôle - Tare

Débloquer alors le bouton de commande du "coin optique", placer sur le trajet lumineux la Cuve 0, de la main gauche tourner, vers l'avant le bouton de de la tare T " -

Manoeuvrer le bouton du coin optique pour équilibrer le millivoltmètre sur la position 0 - noter le chiffre du grand cadran - on doit obtenir une valeur compris entre 71 et 74 - Si le contrôle donnait un chiffre différent refaire le tarage

- L'appareil est alors prêt pour les mesures
- On laisse en place la Cuve de la Solution 0 ce qui permettra, toutes les 5 mesures, de vérifier la stabilité du 0 -
- passer d'abord les solutions N° 1, 2 et 3 de la gamme

Mesures - Placer l'échantillon dans la Cuve, essuyer bien soigneusement les faces transparentes, et placer la Cuve sur le trajet du rayon lumineux - ouvrir le volet - manoeuvrer le bouton de commande du coin optique de façon à amener l'aiguille du milliamperemètre sur 0 - effectuer la lecture -

Transcrire tous les résultats sur la feuille de travail -

Attention Après avoir terminé les mesures ne pas oublier de pousser le bouton de gauche marqué $< 4\ 000\ ^\circ A^\circ$.

CALCUL DES ANALYSES	E A U X
	SiO_2 Colorimétrie de l' ~~X~~ silico Molybdate

Verification de la courbe d'étalonnage

- porter les mesures de la gamme d'étalonnage sur une feuille de papier millimétré
- horizontalement les graduations du spectrophotomètre
- Verticalement les teneurs en mg de SiO_2 dans 100cc =
 - 0 = 0,0 mg
 - 1 = 0,5 mg
 - 2 = 1,0 mg
 - 3 = 1,5 mg
 - 4 = 2,0 mg
- Tracer une ligne réunissant les points. On doit obtenir sensiblement une droite, si ce n'était pas le cas, prévenir le chef de Laboratoire.

Calcul des Analyses -

- Formule générale

$$\frac{\text{SiO}_2, \text{ en mg dans Etalon n}^\circ 4 \times \text{N divisions pour échantillon} \times 1\,000}{\text{N divisions pour étalon n}^\circ 4 \times \text{Vol. P.E. en cc}} = \text{SiO}_2 \text{ g/m}^3$$

Dans les conditions habituelles

- Etalon = 2 mg
- N divisions pour étalon 100
- P.E. : 50cc

$$- 0,4 \times n \text{ divisions pour échantillon} = \text{SiO}_2 \text{ g/m}^3$$

E A U X		Opérateur :		Commencé		O R I G I N E		Transcrit le :	
SiO2 (Colorimétrie)		Nbre d'Echant.:		Terminé le :		TOGO DAHOMEY		Relevé d'activité :	
						EAUX : Douces Saumâtres			
N°	No d'ordre	P.E. Cm ³	Dilution à Volume cc	Lecture Spectro- photo- mètre	SiO2 mg dans P.E.	SiO2 g/m ³	O B S E R V A T I O N S		ETALONNAGE
Labo									1 =
E-6..									2 =
									3 =
									4 =
									Contrôle Tare
									=
									Réglage du Spectro.
									3775
									S 1
									Cuve 1 Cm
									Cellule A
									Tirer bouton
									" < 4 000 "
									E.F.-

ANALYSE DES EAUX

XVII

Agressivité

Principe

L'agressivité de l'eau envers les ouvrages de béton est déterminée d'après le pH, la teneur en sels et le titre alcalimétrique après saturation -

- Pour permettre des lectures plus rapides nous déterminons la teneur en sels d'après la résistivité de l'eau à examiner - Cette façon d'opérer nous semble suffisamment précise par la suite des calculs -

- La mesure du pH doit être faite sur le terrain -

Précision $\pm$ 10 %

Rendement - Un opérateur peut effectuer 25 déterminations complètes par jour

Produits et matériel nécessaires pour 1000 déterminations -

Produits - 30 Kg de marbre finement pulvérisé
500 cc de réactif coloré pour mesure de pH sur le terrain
3^l. de triéthanolamine pure
0,200^K de potasse caustique RP en pastilles
2 g de méthylorange
2 g de réactif de Patton et Reeder
0,250^K de chlorure de sodium RP
30 m. papier indicateur pH 9,5 à 13
10^l. Solution titrée de Complexon N/50
10^l. Solution titrée d'acide chlorhydrique N/20

Matériel -

100 flacons de prélèvements
50 fioles cylindro-coniques de 250 cc
10 barreaux aimantés
1 doseur Héron de 2 x 5 cc

PRELEVEMENT	E	A	U	X
	Agressivité d'après la formule de LANGELIER et le graphi- que de HOOVER			

1 - Prélever deux échantillons d'eaux

- l'un est placé dans un flacon après avoir, si possible, déterminé le pH au moment du prélèvement - étiquetter flacon "A"
- le 2e prélèvement est placé dans un flacon contenant 30 g environ de marbre finement pulvérisé - le flacon est rempli d'eau à analyser, bouché et agité - étiquetter flacon "B"

2 - Amener le plus rapidement possible les deux échantillons au laboratoire.-

DOSAGE A EFFECTUER	E	A	U	X
	Agressivité d'après la formule de LANGELIER et le graphi- que de HOOVER			

Flacon A

- pH (Si la mesure n'a pu être faite au lieu de prélèvement)
- Ca par Complexométrie selon la méthode courante

Flacon B

Filtrer le contenu du flacon et sur la solution déterminer :

- Résistivité - Calculer la conductivité et la salinité équivalente
- Titre alcalimétrique complet - Selon méthode décrite au chapitre CO_3^{2-} et CO_3^{2-} par Volumétrie, mesure du TAC, exprimer en $\text{CO}_3^{2-}\text{Ca}$ mg/l -

NB - Si cela est possible remplacer la mesure de résistivité par la détermination de l'extrait sec à 105° -

C A L C U L S	E A U X
	Agressivité d'après la formule de LANGELIER et le graphi- que de HOOVER

Sur le graphique de HOOVER (Voir page suivante)

- 1 - Choisir la courbe de température correspondant à celle pour laquelle l'~~résistivité~~ *agressivité* est demandée.
- 2 - porter en abscisse la salinité, exprimée en mg/l ; obtenue soit par le calcul à partir de la résistivité, soit par détermination de l'extrait sec à 105° (ce qui est préférable) -
- 3 - Le point de jonction Salinité - Courbe de température permet de trouver, sur l'échelle des ordonnées :
La constante température - Salinité -
- 4 - Avec une règle joindre la constante température - Salinité trouvée avec la teneur en Ca (col. 3.)
La droite tracée coupe la "ligne pivot" (col. 2.) en un point -
- 5 - Joindre ce point de la "Ligne pivot" avec la teneur en CO_3Ca total (TAC) pris sur la colonne 5 -
- 6 - La droite tracée entre la "Ligne pivot" et la colonne 5, coupe la colonne 4 " pH 5 " en un point qui indique le " pH de Saturation"
- 7 - Faire le calcul =

pH de l'eau à l'origine - pH de Saturation = index de Saturation

- Si ce nombre est positif

→ l'eau est incrustante

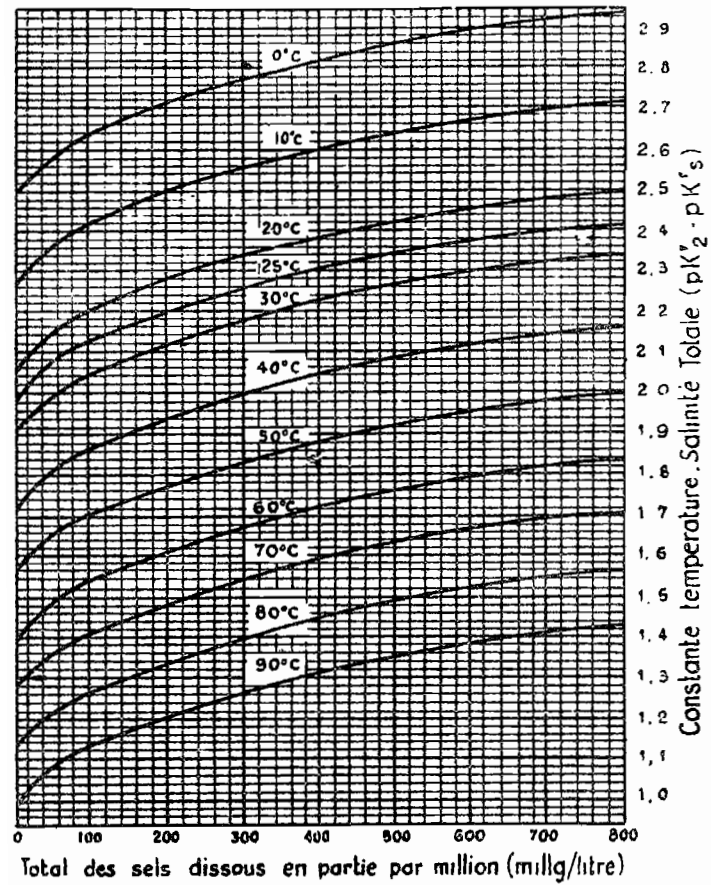
- Si ce nombre est négatif

→ l'eau est agressive

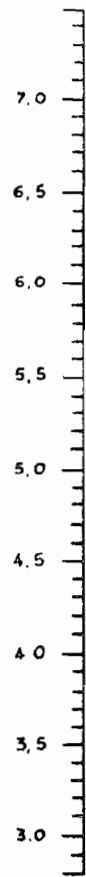
Ex.

pH de l'eau à l'origine	pH de Saturation	Index de Saturation
7,6	8,1	- 0,5 (agressive)
8,4	7,8	+ 0,6 (incrustante)

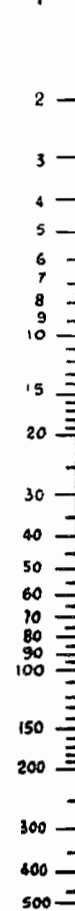
Colonne 1



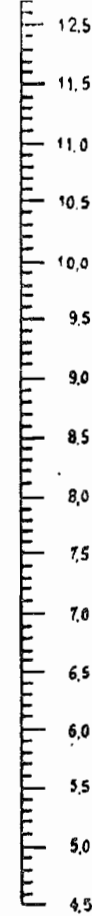
Colonne 2
Ligne Pivot



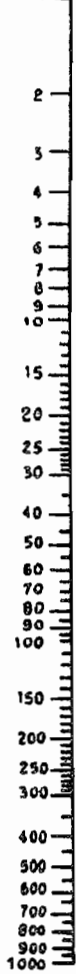
Colonne 3
Calcium



Colonne 4
pHs



Colonne 5
Alcalinité



ANALYSE DES EAUX

XVI

Dureté Totale

Principe

On exprime par "Dureté Totale" la somme des concentrations en ions Calcium et Magnésium.

Ces sels sont complexés par une solution titrée d'EDTA -

En raison des faibles teneurs en Mg, on ajoute une petite quantité de Complexonate de Magnésium, ce qui permet d'avoir un virage beaucoup plus net de l'indicateur -

Interférences

- Fe - si > 20 mg/l peut être complexé par triéthanolamine
- Cu, Pb, Zn, Sn si > 10 mg/l peuvent être complexés par le Cyanure de Potassium
- Mn gêne le dosage si > 10 mg/l

Expression des résultats en "degrés français"

(pourrait également s'exprimer en milliéquivalents de CO^3Ca)

Précision $\pm 0,65 \%$

Rendement - Un opérateur peut effectuer 80 dosages par jour

Produits et Matériel nécessaires pour 1000 dosages à cette cadence :

Produits : 350 g Chlorure d'ammonium RP
12 g Complexonate de Magnésium
500 cc Ammoniaque RP
1^l. Alcool éthylique pur
4 g Noir ériochrome
20^l. de Complexon N/50 (100 g EDTA)

Matériel :

40 Fioles cylindro-coniques de 250 cc
1 Doseur Héron 2 x 5 cc

--*--*--*--

PREPARATION DES SOLUTIONS	E	A	U	X
	Dureté Totale			

Solution Tampon

Peser 54 g de Chlorure d'Ammonium RP dans un becher de 600 cc et 2 g de Complexonate de Magnésium - dissoudre avec 400 cc d'eau permutée.

Passer en ballon jaugé de 1^l.

Ajouter 90 cc d'Ammoniaque RP

Compléter à 1^l. avec eau permutée -

Noir ériochrome

- Peser 400 mg de noir ériochrome dans un flacon compte-goutte de 125 cc --

- Ajouter 100 cc d'alcool éthylique pur

- Bien agiter, laisser reposer 24h -

Complexon N/50 - (Voir à "Solutions titrées") -

METHODE D'ANALYSE	E	A	U	X
	Dureté Totale			

- Prélever 100 cc d'eau à analyser dans une fiole cylindro-conique de 250cc
- Chauffer doucement sur le bain sable jusqu'à atteindre une température de 60° environ -
- Ajouter 5 cc de Solution tampon
- Ajouter 15 gouttes de "noir ériochrome"
- Titrer avec le Complexon N/50 jusqu'à virage du rouge au bleu-vert.

NB.- Si on doit verser plus de 20 cc de Complexon recommencer le dosage en prenant 50 cc d'eau à examiner et la diluant avec 50 cc d'eau permutée - si nécessaire faire une dilution plus grande : 25 cc d'eau à analyser et 75 cc d'eau permutée -

CALCUL DES ANALYSES	E A U X
	Dureté Totale

Si prise d'essai = 100 cc

Complexon N/50 versé = n^{cc}

Dureté totale = n^{cc} X 1 = °/Français

Si on a dû opérer une dilution

$$\frac{100 \text{ X } n^{\text{cc}}}{\text{P. E. en cc}} = \text{Dureté totale en } ^{\circ}/\text{Français}$$

4ème PARTIE

ANALYSE DES VEGETAUX

C O M P L E M E N T

ANALYSE DES VEGETAUX

III

Phosphore total

b) par Colorimétrie du Phosphomolybdovanadate -

Principe

La matière organique est détruite par oxydation à l'acide nitrique -

On parfait cette destruction par une attaque sulfurique en s'arrêtant aux premières fumées blanches - de cette façon on insolubilise la majeure partie de la silice (qui gênerait) et ne risque pas de perte d'ion phosphorique (qui est déplacé par l'attaque sulfurique) -

Sur une aliquote on développe le complexe jaune que donne l'acide phosphorique en présence de MO et V - On se place en milieu perchlorique (qui a l'avantage de masquer le fer pouvant être présent) -

On opère la colorimétrie à 400 m μ -

Précision $\pm$ 1,62 %, soit pour des teneurs $\pm$ 0,57 % P $\pm$ 0,01

Rendement - Un opérateur peut effectuer 20 dosages par jour -

Produits et Matériel nécessaires pour effectuer 1000 dosages à cette cadence :

Produits :

- 5 Kg Acide sulfurique RP "pour toxicologie"
- 25 Kg Acide nitrique RP
- 1100 - Filtres ϕ 125 mm
- 14 Kg Acide perchlorique RP
- 30 g Métavanadate de Sodium "Pur"
- 600 g Molybdate de Sodium "Pur"
- 500 cc de Solution titrée de P $^{20}_5$ à 100 γ /cc

..../...

Matériel :

- 60 Bechers forme basse de 250 cc
- 62 Fioles jaugées de 100 cc
- 62 Bouchons Rhodorsil de ϕ inférieur 12 mm
- 20 Entonnoirs tige courte ϕ 70 mm
- 20 Bechers forme basse de 100 cc
- 2 Cuves de 2 Cm pour Spectrophotomètre "Jean et Constant"
- 2 Eprouvettes graduées de 10 cc
- 1 Pipette 2 traits de 20 cc
- 2 Jaugeurs Héron de 2 x 10 cc
- 1 Burette de 50 cc au 1/10 de cc
- 1 Burette de 25 cc "Précision" au 1/20 de cc

PREPARATION DES SOLUTIONS	- S O L S - VEGETAUX
	P^{205} Colorimétrie du PhosphomolybdoVanadate

Métavanadate de Sodium

Peser 2^g500 de métavanadate de Sodium dans un becher de 400 cc - faire dissoudre à l'eau tiède - passer en ballon jaugé de 1^l. - laisser refroidir - Compléter le volume à 1^l. avec eau permutée -

Molybdate de Sodium

Peser 50 g de molybdate de Sodium dans un becher de 600 cc - faire dissoudre à l'eau tiède -

Passer en ballon jaugé de 1^l. - Laisser refroidir - Compléter à 1^l. avec eau permutée -

Conserver en flacon de verre jaune

Solution étalon de P^{205} à 100 γ /cc (Voir à Sol^{ons} Titrées)

P total (précipitation
du Phosphomolybdate)

- Sécher l'échantillon 24h. à l'étuve réglée à 105°
- Peser 0,5 g de matière végétale dans un becher de 250 attaquer par 5 cc d'acide nitrique et 5 cc d'acide sulfurique au 1/2 - Laisser 1/4 d'heure à froid puis chauffer progressivement sur le bain sable - dès que les vapeurs rouge orangé ont disparu chauffer plus fort jusqu'à apparition dans toutes premières vapeurs blanches sulfuriques -

Descendre le becher du bain sable - Laisser refroidir - Ajouter 5 cc d'acide nitrique et attaquer comme précédemment - Après cette 2e opération les matières organiques doivent être entièrement détruites et la solution doit être incolore ou blanche -

Si les matières organiques n'étaient pas entièrement détruites faire une ou plusieurs attaques nitriques supplémentaires jusqu'à obtenir un résidu incolore ou blanc -

Reprendre alors la solution avec 50 cc d'eau - tiédifier au bain sable pour dissoudre les sels solubles - passer la solution avec le résidu dans un ballon jaugé de 100 cc - laisser refroidir -

- Quand la solution est bien froide compléter, avec de l'eau, le volume au trait de jauge, bien agiter -
- Préparer bechers et entonnoirs bien secs, garnis de papier courant plissé
- Verser la solution sur filtre -
- Jeter les premiers 10 cc de solution passée -
- Continuer de filtrer jusqu'à ce que 50 cc environ soient passés -
- Ne pas laver

Développement de la coloration et préparation de l'étalon

- Prélever, dans des bechers de 100 cc, une aliquote de 20 cc - ajouter 6 cc d'acide perchlorique (avec une burette) et porter à ébullition jusqu'à décoloration complète -

Laisser refroidir, passer en ballons jaugés de 100 cc et ajouter dans l'ordre

- 10 cc de métavanadate de Sodium puis, goutte à goutte, et en agitant :
- 10 cc de molybdate de Sodium

Compléter le volume à 100 cc avec de l'eau permutée, bien agiter -

- De la même façon préparer deux ballons jaugés de 100 cc marqués 0 et étalons dans lesquels ont introduit 6 cc d'acide perchlorique
- Dans le 0 30 cc d'eau permutée
- Dans l'étalon 13 cc très exactement mesurés (avec une burette de précision) de solution titrée à 100 g/cc de P^{205} - + 20 cc d'eau permutée -

..../....

- 2

Agiter, puis ajouter métavanadate et molybdate comme dans les échantillons -
Compléter le volume à 100 cc avec de l'eau permutée - bien agiter -
Laisser reposer le tout 1/2 h, puis effectuer la colorimétrie -

Colorimétrie

Mettre le spectrophotomètre en "chauffage" dès que la coloration a été développée -

Régler = La longueur d'onde sur 400 m μ
- La sensibilité sur 4
- Utiliser des Cuves de 2 Cm
- Cellule A

Réglage du 0

- Placer l'aiguille du grand cadran sur 0 -
- Placer dans le porte-Cuves les solutions 0 et Etalon -
- Mettre la Cuve 0 sur le trajet du rayon lumineux
- Régler le milliamperemètre sur 0 grâce aux boutons de réglage électrique (volet tiré) et optique (volet ouvert)

Etalonnage du Spectrophotomètre

- Présenter alors la Cuve contenant l'Etalon
- Ouvrir ce volet
- Tourner le bouton du "coin optique" jusqu'à régler le milliamperemètre sur 0 -

A ce moment bloquer le bouton de commande du "coin optique", puis visser, ou dévisser le bouton de réglage du grand cadran (derrière l'appareil) jusqu'à placer l'aiguille sur 100 -

Contrôle - Tare

Débloquer alors le bouton de commande du "coin optique", placer sur le trajet lumineux la Cuve 0, de la main gauche tourner, vers l'avant le bouton de la tare T" -

Manoeuvrer le bouton du coin optique pour équilibrer le millivoltmètre sur la position 0 - noter le chiffre du grand cadran - on doit obtenir $57,5 \pm 1$ division. Si le contrôle donnait un chiffre différent refaire le tarage et, éventuellement la solution-étalon -

- L'appareil est alors prêt pour les mesures
- On laisse en place la Cuve de la Solution 0 ce qui permettra, toutes les 5 mesures, de vérifier la stabilité du 0 -

Mesures - Placer l'échantillon dans la Cuve, essuyer bien soigneusement les faces transparentes, et placer la Cuve sur le trajet du rayon lumineux - ouvrir le volet - manoeuvrer le bouton de commande du coin optique de façon à amener l'aiguille du milliamperemètre sur 0 - effectuer la lecture -

Transcrire tous les résultats sur la feuille de travail -

CALCUL DES ANALYSES	V E G E T A U X
P Total par Colorimétrie de PhosphomolybdoVanadate	

Formule Générale

$$\frac{P^{25} \text{ dans étalon } \times n \text{ divisions pour éch}^{\text{on}} \times \text{Vol. Sol}^{\text{on}} \text{ attaque en cc } \times 0,437}{N \text{ divisions pour étalon } \times \text{Aliquote en cc } \times P. E. \text{ en g } \times 10.000} = P \%$$

Dans les conditions habituelles

$$P.E. = 0,5 \text{ g}$$

$$\text{Vol.} = 100 \text{ cc}$$

$$\text{Aliquote} = 20 \text{ cc}$$

$$\text{Etalon} = 1300 \text{ } P^{25} \longrightarrow 100 \text{ divisions}$$

$n \text{ divisions } \times 0,0057 = P \%$

Si aliquote différente de 20 cc les autres conditions étant inchangées :

$\frac{n \text{ divisions } \times 0,114}{\text{Vol. aliquote en cc}} = P \%$

6ème PARTIE

—

SOLUTIONS TITREES

—

C O M P L E M E N T

—

XXII	SOLUTIONS TITREES
	SO ⁴ ---

Les solutions sont établies à partir de Sulfate de Sodium hydraté,
 10H²O RP (Sel de GRAUBER) - ce sel est utilisé tel que, sans séchage à l'étuve -
Solution à 1 mg /cc de SO⁴---

Peser très exactement 3^g,354 de Sulfate de Soude hydraté dans un becher
 de 250 cc - dissoudre à l'eau permutée, passer en ballon jaugé de 1^l. -
 bien agiter -

Solution à 100 γ/cc de SO⁴---

Prélever très exactement 100 cc de Sol^{on} à 1 mg/cc, passer en ballon
 jaugé de 1^l. et compléter avec eau permutée - bien agiter -

Vérification du titre

Prélever très exactement 25 cc de Sol^{on} à 100 γ/cc et les passer en
 fiole jaugée de 50 cc - compléter au trait de jauge avec eau permutée -
 bien agiter -

Passer cette solution au photomètre de flamme, courbe Na - 2 -

On doit avoir une déviation de 51 divisions -

Tolérance $\pm$ 1 division

XXIII	SOLUTIONS TITREES
	Cl ⁻

- On part d'une solution titrée de Chlorure de Sodium N/20.

- Solution à 17,7 g/cc de Cl⁻

Prélever très exactement 10 cc de Solution N/20 de NaCl et passer en ballon jaugé de 1000 cc - compléter le volume avec eau permutée - bien agiter,

1 cc de cette Solution $\longrightarrow$ 17,7 g/cc de Cl⁻

Vérification du titre

Etalonner le photomètre à flamme avec les solutions de la courbe "Na - 1" puis effectuer la détermination de Na sur la solution à 17,7 g/cc de Cl⁻. On doit obtenir une déviation de 43 divisions $\pm$ 1 div. -

==

XXIV	SOLUTIONS TITREES
	SiO ₂

- Calciner 2 heures à 1 000° de la silice pure
- Laisser refroidir dans un dessiccateur bien hermétique
- Peser très rapidement et très exactement 1 g de silice dans un creuset de platine
- Ajouter 5 g d'un mélange à parties égales de carbonate de Soude anhydre et de carbonate de potasse anhydre.
- Bien mélanger le tout et fondre, avec précautions pour éviter les projections, à 1 000°
- Refroidir et dissoudre (en capsule de porcelaine recouverte d'un verre de montre) par de l'eau permutée chaude.
- Quand la dissolution est complète, passer dans un ballon jaugé à 999 cm³ - Compléter au trait de jauge avec eau permutée. Bien agiter.
- Passer aussitôt dans une fiole en plastique et ajouter 1 cm³ d'acide fluorhydrique (mesuré dans une éprouvette de plastique ou à défaut peser 1,140 g dans un creuset de platine) - Bien agiter -