

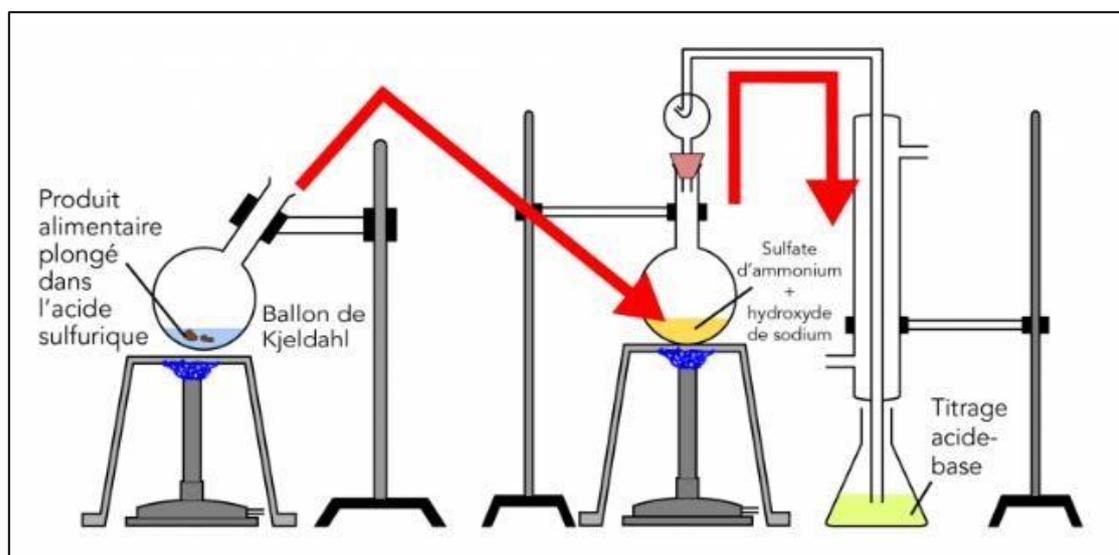
**TP4 : Dosage des matières azotées totales (MAT) par
méthode de Kjeldahl**



1.. Dosage des matières azotées totales par méthode de Kjeldahl (AOAC, 1999 ; 1995; 1999)

La méthode de Kjeldahl comporte trois étapes principales successives:

- L'azote organique que contient l'échantillon est transformé en un azote minéral en présence d'un acide concentré: *c'est la minéralisation*
- L'azote minéral formé est déplacé en présence de la soude et par entrainement à la vapeur puis recueilli quantitativement dans une solution standard de réception : *c'est la distillation*
- L'azote ainsi recueilli est titré par un acide ayant une normalité connue : *c'est la titration.*



Réactifs

- H_2SO_4 concentré (95%)
- NaOH à 40%
- HCl 0,1N
- Catalyseur (80g de sulfate de potassium +20g sulfate de cuivre + 2g de sélénium)
- Solution de réception (par litre de solution) : dissoudre 40 g d'acide borique dans un peu d'eau distillée puis ajouter 10ml d'une solution de colorant RB (200mg de bleu de méthylène et 100mg de rouge de méthyle dans 100 ml d'alcool à 95°), le tout est porté à 1000ml.

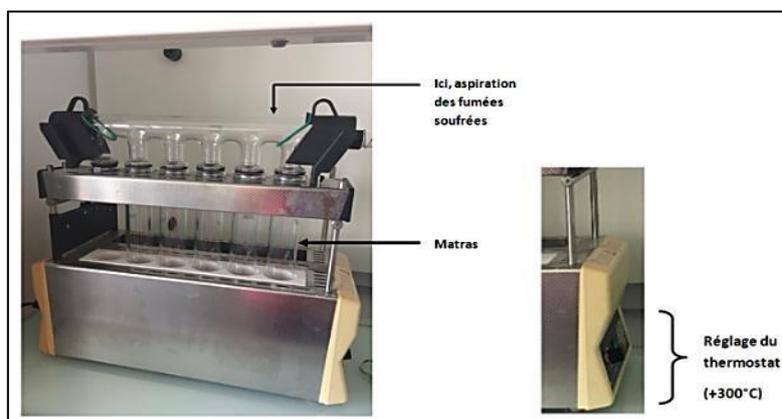


Figure : Minéralisateur et distillateur de l'azote

Mode opératoire

a- Minéralisation

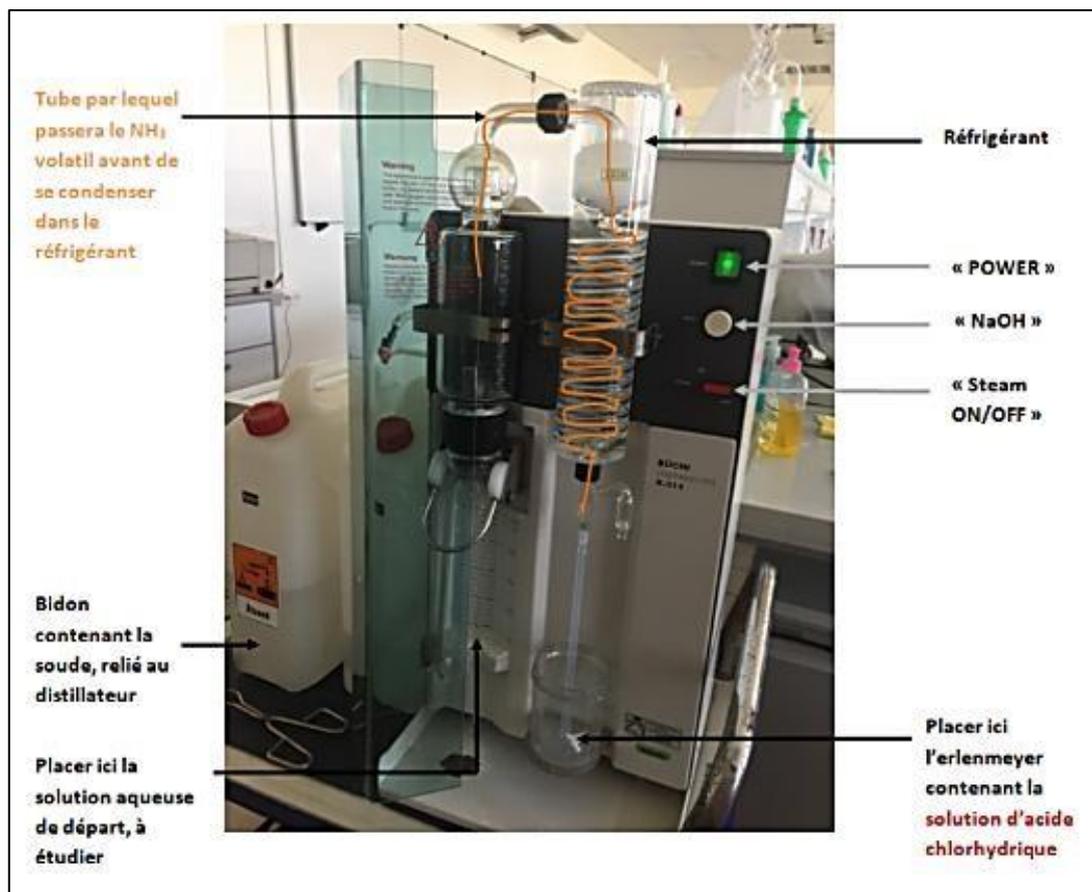
- Peser avec précision de l'ordre de 500mg d'échantillon (après homogénéisation) sur papier joseph (papier fabriqué sans azote) plié en papillote et introduit dans les matras et ajouter le catalyseur.
- Ajouter très lentement et en agitant 20ml de H₂SO₄ concentré. Cette opération doit être absolument effectuée avec précaution : travailler sous hotte, à ne pas orienter le tube ou la fiole au moment de l'ajout de l'acide vers la direction du visage et porter des gants, des lunettes et un tablier de protection.
- Mettre sur rampe de minéralisation chauffée à 420 - 450°C. Démarrer le système d'aspiration des vapeurs. Généralement, le démarrage de la minéralisation s'accompagne d'une formation de mousses qui peuvent parfois déborder le matras. Pour éviter des pertes, il est conseillé de retirer le support des tubes pour les laisser se refroidir 5 à 10 minutes puis les remettre de nouveau.



- Arrêter la rampe minéralisation lorsque la solution devienne limpide (vert pâle) et laisser refroidir environ 15 à 20 minutes (ne pas arrêter immédiatement l'aspirateur des vapeurs) □ Ajouter lentement et en agitant 150 ml d'eau distillée (en cas de formation d'un précipité, il faut agiter vivement le matras pour le dissoudre) (Le Coq, 1965).

b- Distillation et titration

- Mettre dans un erlen 50 ml de solution de réception. Placer l'erlen au-dessous de l'unité de distillation. Placer la fiole sur l'unité de distillation tout en fixant convenablement le bouchon puis transvaser 70 ml de soude (il est conseillé parfois de mettre quelques pièces de pierres penses pour éviter l'éclatement des fioles au moment de l'ébullition). Mettre en marche la distillation jusqu'à l'obtention de 200 ml de solution verdâtre dans l'erlen (ne pas oublier de mettre en marche le system de réfrigération).



- Titrer le contenu de l'eren avec une solution de HCl à 0,1N jusqu'au virage de la couleur du vert au gris sale.

TITRAGE

But : Déterminer expérimentalement la concentration (ou la quantité de matière) d'une espèce chimique dans une solution.

Expérience

Principe : Le titrage s'appuie sur une réaction chimique, ici acido-basique, qui doit être totale et rapide (=l'un des réactifs est totalement consommé).

$$aA + bB \rightarrow cC + dD$$

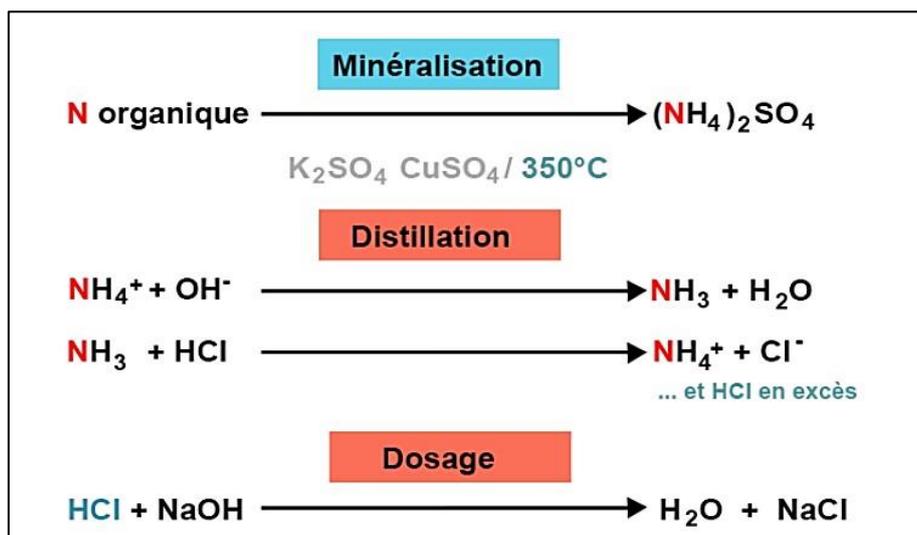
Ici, l'équation bilan est: $H^+ + OH^- = H_2O$

(Elle est déjà équilibrée : les coefficients stoechiométriques sont de 1, inutile de les indiquer puisqu'ils n'ont aucune influence sur les proportions.)

À l'équivalence, les réactifs ont été introduits dans les proportions stoechiométriques (pour une équation équilibrée) donc $\frac{n(A)_{\text{éq}}}{a} = \frac{n(B)}{b}$,

Donc $\frac{C(A) \cdot V(A)_{\text{éq}}}{a} = \frac{C(B) \cdot V(B)}{b}$.

D'autre part, il est absolument nécessaire de réaliser durant chaque série d'analyses des blancs afin d'éviter l'effet éventuel de toute sorte d'impuretés pouvant exister notamment dans les réactifs sur les résultats ultérieurs. Ces analyses blanches consistent à suivre les différentes étapes de la méthode, mais en l'absence de l'échantillon à analyser.



La teneur en azote ou en MAT de l'échantillon est ainsi calculée comme suit :

$$\%N = (((V - V_0) \times N \times 14,01) / PE \times MS_a) \times 100$$

$$\%MAT = \%N \times 6,25$$

V : nombre de ml d'HCl utilisé pour la titration de l'échantillon

V₀ : nombre moyen de ml d'HCl utilisé pour la titration des blancs

N : normalité de l'HCl utilisé

14,01 : facteur d'équivalence, 1 ml d'HCl 1N titre 14,01 mg d'azote

PE : prise d'essai (en mg)

MS_a: % MS_a / 100.