**TP N°02:Le phosphore assimilable (méthode Joret-Hebert)**

**Réactifs** :

***Réactif sulfomolybdique* :**

* Dissoudre 37.5g de molybdate d’ammonium (NH4)6Mo7O24.4H2O dans un bécher de 500ml contenant environ 150ml d’eau distillée.
* Dans un bécher d’1l, ajouter 280ml de H2SO4 pur (d = 1.84) à 200ml d’eau. Après refroidissement, verser lentement et en agitant, la solution molybdique. Laisser refroidir, verser la solution dans un ballon jaugé de 1l et compléter à 1l.

Le réactif contient 30g/l de MoO3 et sa normalité est de 10N. Il est conservé dans un flacon coloré et placé dans un réfrigérateur.

1. ***Solution d’acide ascorbique* :**

Peser 1g d’acide ascorbique, introduire dans un ballon jaugé de 1l, et compléter à 1l avec l’eau distillée.

Solution à conserver au réfrigérateur, à renouveler chaque semaine.

1. ***Solution étalon d’orthophosphate* :**

Solution préparée à partir du phosphore monopotassique (KH2PO4 potassium dihydrogénorthophosphate). C’est une solution aqueuse contenant 50mg/l de P2O5 (50ppm).

Peser 1.917g de KH2PO4.Introduire dans un ballon jaugé de 1l. Dissoudre et compléter à 1l avec de l’eau distillée. Homogénéiser. La solution contient 1g/l (100ppm) de P2O5.

Dans un ballon jaugé de 200ml, mettre 10ml de la solution à 1g/l de P2O5. Compléter à 200ml avec de l’eau distillée. Homogénéiser cette deuxième solution contenant 50mg/l de P2O5 (50 ppm) est utilisé pour l’établissement de gamme.

1. ***Solution d’extraction* :**

Peser 14.2g d’oxalate d’ammonium (NH4)2C2O4.H2O. Introduire dans un bécher de 1l contenant 800 ml de l’eau distillée chaude. Agiter. Verser la solution dans une fiole jaugé de 1l et compléter à 1l.

La solution est d’une concentration 0.2N. Vérifier le pH de l’oxalate d’ammonium qui doit être compris entre 6.5 et 7.0.

Ajouter si besoin quelque goutes d’ammonium, il faut accorder la plus grande attention au rinçage des électrodes du pH-mètre pour éviter d’introduire dans le milieu oxalate des traces d’acide phosphorique provenant de la solution tampon.

**Etablissement de la gamme** :

Les dosages sont effectués sur un volume de 10ml dans des tubes à essai en pyrex. Les points de la gamme sont obtenus en utilisant respectivement :

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| **N° tube** | 0 | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 |
| **Solution KH2PO4 (ml) 50mg/l de P2O5** | 0 | 0.1 | 0.2 | 0.3 | 0.4 | 0.5 |
| **Oxalate d’ammonium (ml)** | 1.5 | 1.5 | 1.5 | 1.5 | 1.5 | 1.5 |
| **Réactif sulfomolybdique (ml)** | 2 | 2 | 2 | 2 | 2 | 2 |
| **Acide ascorbique (ml)** | 6.5 | 6.4 | 6.3 | 6.2 | 6.1 | 6.0 |
| **Concentration finale (ppm) de P2O5** | 0 | 0.5 | 1 | 1.5 | 2 | 2.5 |

La réduction de l’acide phosphomolybdique est obtenue en maintenant les tubes au bain marie bouillant pendant 10 min. après refroidissement, les solutions sont dosés en colorimétries. Il faut noter que la réduction de l’acide phosphomolybdique exige un minimum du temps 5 min à 100°C et 12min à 80°C. De plus, il convient de préciser qu’après la réduction de la totalité de l’acide phosphomolybdique, la prolongation du chauffage ne modifie pas l’intensité de la coloration bleue.

**Mode opératoire** :

**Extraction**

* Peser 4 g de terre broyée et passée au tamis de 2 mm et introduire dans un flacon de 150/200 ml environ.
* Ajouter 100 ml d’une solution d’oxalate d’ammonium 0.2 N et de pH 6.5 à 7.0.
* Agiter pendant 2 heures ; puis filtré.
* Recueillir la solution dans un flacon de 100 ml.
* Prélever 1.5 ml de la prise d’essaie dans un tube à essai.
* Ajouter 2 ml de réactif sulfomolybdique.
* 6.5 ml d’une solution à 1 g/l d’acide ascorbique.
* Passer les tubes au bain marie bouillant pendant 10 à 12 min
* Laisser refroidir.
* Passer au colorimètre et colorimètrer à 650 nm.

**Calcul**:

**P2O5 (ppm) = x \* U/v \* V/P**

= x \* 10/1.5 \* 100/4

= x \* 1000/6

x : concentration lue sur le graphique en mg/l de P2O5

U : volume colorimètre (10 ml)

v : volume de la prise d’essai (1.5 ml)

V : volume de la solution d’extraction (100 ml).

P : poids de la prise de terre (4g).