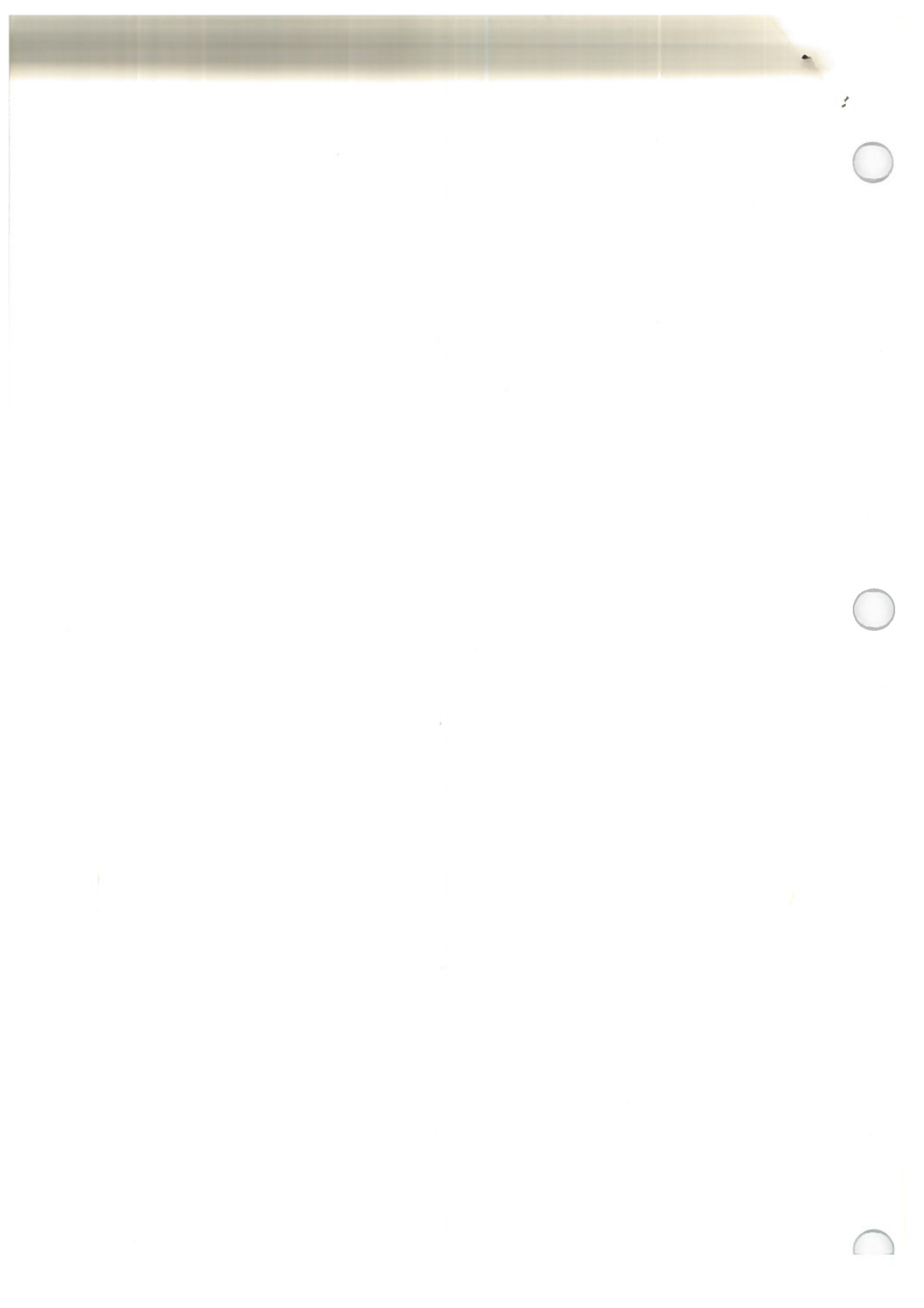


CONSEIL
DES PRODUCTIONS
VÉGÉTALES
DU QUÉBEC

**MÉTHODES D'ANALYSE
DES SOLS, DES FUMIERS
ET DES TISSUS VÉGÉTAUX**





MÉTHODES D'ANALYSE DES SOLS, DES FUMIERS ET DES TISSUS VÉGÉTAUX

Dépôt légal
Bibliothèque nationale
ISBN — 2-551-12019-5

Commission des Sols, section Méthodologie

ANTOUN, Hani — Université Laval, Sainte-Foy.

AUDESSE, Pierre — Ministère de l'Agriculture, des Pêcheries et de l'Alimentation du Québec, Sainte-Foy.

AUGER, Yvan — Ministère de l'Énergie et des Ressources, Sainte-Foy.

BOUCHER, Yvan — William Houde Ltée, Saint-Jacques Le-Mineur.

BENOIT, Marc — Agriculture Canada, Lennoxville.

BOUCHER, Raymond — Briteq, Rivière-du-Loup.

BRETON, Bruno — William Houde Ltée, Saint-Thomas-d'Aquin.

CAILLIER, Michel — Université Laval, Sainte-Foy.

CESSAS, Michel — Université Laval, Sainte-Foy.

CHATEAUNEUF, Robert — Ministère de l'Agriculture, des Pêcheries et de l'Alimentation du Québec, Alma.

DESROSIERS, Denise — Institut de technologie agricole, La Pocatière.

GOSELIN, Guy — Ministère de l'Énergie et des Ressources, Sainte-Foy.

GUILBEAULT, Jean — Ministère de l'Agriculture, des Pêcheries et de l'Alimentation du Québec, Rock Forest.

HAMELIN, André — Ministère de l'Agriculture, des Pêcheries et de l'Alimentation du Québec, Nicolet.

JETTÉ, Céline — Compagnie Rona, Boucherville.

JOYAL, Pierre — Tourbières Premier Ltée, Rivière-du-Loup.

KARAM, Antoine — Université Laval, Sainte-Foy.

LAMOUREUX, Pierre — Nutrite Inc., Brossard.

LAPOINTE, Anne-Marie — C.I.L. Research Center, Missisauga (Ontario).

LEBLANC, Marcel — Agrico Canada, Chambly.

LEVESQUE, Claude — Agriculture Canada, Sainte-Foy.

MACKENZIE, Angus — Collège Macdonald, Sainte-Anne-de-Bellevue.

MANTHA, Jean-Jacques — Nutrite Inc., Brossard.

MARTIN, Diane — C.I.L. Soil Lab., Countright.

MASSIE, Claude — Chimitec Ltée, Sainte-Foy.

MERCIER, Lucille — Fertico, Saint-Thomas-de-Joliette.

MICHAUD, Alain — Compagnie Nationale de forage et sondage, Boucherville.

NAULT, Vital — Institut de technologie agricole, La Pocatière.

NOREAU, Jean — Ministère de l'Agriculture, des Pêcheries et de l'Alimentation du Québec, Rimouski.

PELLETIER, Clermont — Institut de technologie agricole, La Pocatière.

PERRON, Mario — Laboratoire de l'environnement (L.C.Q.), Sainte-Foy.

POULIN, Richard — Coopérative Fédérée de Québec, Montréal.

PRUDHOMME, Christian — Laboratoire Fertilitec, Longueuil.

SIMARD, Régis — Agriculture Canada, Sainte-Foy.

TRAN, Thi Sen — Ministère de l'Agriculture, des Pêcheries et de l'Alimentation du Québec, Sainte-Foy.

TREMBLAY, Denis — Université Laval, Sainte-Foy.

VISSER, Simon — Université Laval, Sainte-Foy.

ZIZKA, Jean — Agriculture Canada, Sainte-Foy.

INTRODUCTION

Ce répertoire conçu pour les laboratoires œuvrant dans le domaine agricole, regroupent les principales méthodes d'analyse des sols, des fumiers et des tissus végétaux utilisées au Québec.

Élaboré par la section Méthodologie de la commission des Sols du Conseil des productions végétales du Québec (CPVQ), cet ouvrage favorise une meilleure normalisation et une plus grande diffusion des techniques d'analyse utilisées en productions végétales.

Enfin, de sincères remerciements sont adressés aux nombreux membres de la section qui ont collaboré, à divers niveaux, à l'élaboration de ce guide.

Richard Poulin

Président de la section Méthodologie (CPVQ)

ATTENTION

Afin de permettre une mise à jour des méthodes d'analyses des sols, des fumiers et des tissus végétaux, veuillez remplir et retourner la dernière page du document au :

Conseil des productions végétales du Québec
Direction de coordination scientifique et technique
200-A chemin Sainte-Foy, 2^e étage
Québec
G1R 4X6

Pour information :

tél. : (418) 643-1229

Conseil des productions végétales du Québec

2

2



MÉTHODES D'ANALYSE DES SOLS, DES FUMIERS ET DES TISSUS VÉGÉTAUX

INDEX

Méthodes d'analyse des sols organique/minéral

- Azote total
- Azote ammoniacal et nitrate
- Bore (méthode carmine)
- Bore (méthode azométhine)
- Cations échangeables (acétate d'ammonium)
- Conductance
- Matière organique (inférieur à 20 %)
- Matière organique (supérieur à 20 %)
- Mehlich III (extractif universel)
- Oligo-éléments (HCl 0,1N)
- Oligo-éléments (DTPA-ETA)
- pH eau
- pH tampon
- Phosphore (Bray-P2)
- Phosphore (Bray-P1)
- Phosphore (Bray-P1 complexe stabilisé)
- Préparation
- Sulfates

Méthodes d'analyse des sols de serre

- Extrait de sol saturé

Méthodes d'analyse des fumiers

- Azote total
- Azote ammoniacal
- Azote ammoniacal et nitrate
- Azote et phosphore
- Densité
- Matière organique
- Matière sèche (séchage)
- Matière sèche (hydromètre)
- Minéralisation sulfurique/sélénieux
- Minéralisation perchlorique/nitrique
- Minéraux
- Phosphore
- Préparation
- Soufre

Méthodes d'analyse des tissus végétaux

- Analyse foliaire (digestion)

No méthode

AZ-1
AZ-3
BO-1
BO-2
CA-1
CO-1
MA-1
MA-2
ME-1
OL-1
OL-2
PH-1
PH-2
PH-3
PH-4
PH-5
PR-1
SU-1

No méthode

SS-1

No méthode

AZ-1
AZ-2
AZ-3
AZ-4
DE-1
MA-2
MA-3
MA-4
MI-1
MI-2
MI-3
PH-6
PR-2
SO-1

No de méthode

FO-1



DÉTERMINATION DE L'AZOTE TOTAL (KJELDAHL) (applicable aux sols et fumiers)

Appareil :

Minéralisateur/distillateur Kjeldahl

Réactifs :

- 1) sulfate de potassium (K_2SO_4)
- 2) oxyde mercurique (HgO)
- 3) zinc (flocons ou granules)
- 4) acide sulfurique concentré
- 5) acide sulfurique ou chlorhydrique 0,1N dans l'eau
- 6) hydroxyde de sodium 50 % (P/V) dans l'eau
- 7) hydroxyde de sodium 0,1N dans l'eau
- 8) thiosulfate de sodium ($Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$) 8 % (P/V) dans l'eau.
- 9) indicateur: dissoudre 1 g de rouge de méthyle dans 200 ml d'éthanol 95 %.

Procédure :

- 1) Introduire successivement 3,00 g d'échantillon, 0,7 g de HgO, 15 g de K_2SO_4 , 25 ml d'acide sulfurique concentré et quelques billes de verre dans un ballon Kjeldahl.
(N.B. Prendre 10,0 g d'échantillon pour un sol sableux et seulement 1 g, s'il y a lieu, pour de la tourbe).
- 2) Chauffer progressivement le mélange jusqu'à ébullition.
- 3) Prolonger la minéralisation pendant 2 heures à partir du moment où la solution s'est clarifiée. Laisser refroidir à température ambiante et ajouter 200 ml d'eau déminéralisée.
- 4) Ajouter 25 ml de la solution de thiosulfate 8 % et mélanger.
- 5) Introduire, sans mélanger, quelques granules de zinc et 50-60 ml de sodium hydroxyde 50 % et transférer immédiatement au ballon de distillation.
- 6) Agiter et amorcer la distillation de l'azote en recueillant 150 ml de distillat dans un erlenmeyer contenant un volume exact (25 ou 50 ml) d'acide sulfurique ou chlorhydrique 0,1N et quelques gouttes d'indicateur.

DÉTERMINATION DE L'AZOTE TOTAL (KJELDAHL) (applicable aux sols et fumiers)

Prodédure : (suite)

- 7) Titrer l'excès d'acide avec la solution d'hydroxyde de sodium 0,1N jusqu'au changement de coloration jaune-vert.
- 8) Effectuer de la même façon un essai à blanc afin de vérifier la pureté des réactifs. Utiliser le même volume exact d'acide 0,1N pour recueillir le distillat.

Calculs :

$$\% \text{ azote} = (V_{\text{blanc}} - V_{\text{éch.}}) \times 0,0466$$

où Véch. : volume (ml) NaOH 0,1N pour titrer l'échantillon
Vblanc: volume (ml) NaOH 0,1N pour titrer le blanc

Références :

Horwitz, W.H. 1980. Official methods of the A.O.A.C., 13^{éd.} A.O.A.C. Washington p.15: 2.057.

DÉTERMINATION DE L'AZOTE AMMONIACAL

Appareil :

Minéralisateur/distillateur Kjeldahl

Réactifs :

- 1) Acide chlorhydrique 0,1N
- 2) Hydroxyde de sodium 0,1N
- 3) Oxyde de magnésium (exempt de carbonate)
- 4) Indicateur: dissoudre 1 g de rouge de méthyle dans 200 ml d'éthanol 95 %.

Procédure :

- 1) Peser 10 g d'échantillon homogénéisé dans un ballon Kjeldahl de 800 ml.
- 2) Ajouter 200 ml d'eau distillée et 2 g d'oxyde de magnésium.
- 3) Distiller afin de recueillir 100 ml de filtrat dans un erlenmeyer contenant un volume exact d'acide chlorhydrique 0,1N et quelques gouttes d'indicateur.
- 4) Titrer l'excès d'acide avec la solution d'hydroxyde de sodium 0,1N jusqu'au changement de coloration jaune-vert.
- 5) Effectuer de la même façon un essai à blanc.
Utiliser le même volume exact d'acide 0,1N pour recueillir le distillat.

Calculs :

$$\% \text{ azote} = (V_{\text{blanc}} - V_{\text{échantillon}}) \times 0,014$$

où $V_{\text{échantillon}}$: Volume (ml) NaOH 0,1N pour titrer l'échantillon

V_{blanc} : Volume (ml) NaOH 0,1N pour titrer le blanc

Références :

Horwitz W.H. 1980. Official methods of the A.O.A.C., 13^{éd.} A.O.A.C. Washington, p.16: 2.065.

DÉTERMINATION DE L'AZOTE AMMONIACAL ET NITRATES

Appareil :

Appareil Kjeltéc ou minéralisateur BD-20 ou 40
Agitateur mécanique

Réactifs :

- 1) KCl 2M
Dissoudre 150 g dans 800 ml d'eau et compléter le volume à 1 litre.
- 2) Oxyde de magnésium.
Chauffer du MgO dans un four à 600°C pendant deux heures, refroidir et conserver au dessiccateur.
- 3) Chlorure de calcium.
Chauffer du CaCl₂ dans un four à 600°C pendant deux heures, refroidir et conserver au dessiccateur.
- 4) Alliage Devarda.
Pulvériser l'alliage de façon à ce que 100 % de l'alliage passe 100 mesh et 75 % passe 300 mesh.
- 5) Acide chlorhydrique 0,01N.
- 6) Indicateur: dissoudre 1 g de rouge de méthyle dans 200 ml d'éthanol 95 %.
- 7) Standard 100 ppm.
Dissoudre 0,46 g de (NH₄)₂SO₄ et 0,722 g de KNO₃ dans 1 litre d'eau et conserver au réfrigérateur.

Procédure:

- 1) Peser 10 g d'échantillon dans un erlenmeyer de 250 ml.
- 2) Additionner 100 ml de KCl 2M et agiter durant 1 heure.
- 3) Laisser décanter afin d'avoir un surnageant limpide. Si la solution doit être conservée pour plus de 24 heures, filtrer sur Whatman No 42 (ou équivalent) et garder au réfrigérateur.
- 4) Détermination de l'azote ammoniacal.
 - 4.1 Sous le condensateur du Kjeltéc, placer un erlenmeyer contenant 5 ml d'indicateur.
 - 4.2 Prélever 40 ml du surnageant dans un tube BD-20, ajouter 1,2 g du MgO et 1,0 g de CaCl₂.
 - 4.3 Insérer le tube sur le distillateur Kjeltéc et débiter la distillation jusqu'à 100 à 125 ml de distillat.

Agdex 533

DÉTERMINATION DE L'AZOTE AMMONIACAL ET NITRATE

Procédure: (suite)

5) Détermination des nitrates

5.1 Effectuer les étapes 4.1 à 4.3.

5.2 Par la suite, insérer un nouvel erlenmeyer contenant 5 ml d'indicateur sous le condensateur.

5.3 Ajouter au tube BD-20, 2,0 g d'alliage Devarda et effectuer immédiatement la distillation tel que précédemment (Voir étape 4.3).

5.4 Enlever l'erlenmeyer et titrer le distillat avec HCl 0,01N.

6) Effectuer de la même façon un essai à blanc.

Calculs

Azote ammoniacal = $(V_{\text{écha.}} - V_{\text{blanc}}) \times 35$
ou nitrate (ppm)

où Véch. : Volume (ml) HCl 0,01N pour titrer l'échantillon

Vblanc: Volume (ml) HCl 0,01N pour titrer le blanc

Références

Isaac R.A. et Johnson W.C. 1980. *Determination of total nitrogen on plant tissues using BD-40 digestion*. J.A.O.A.C. 59 98-100.

DOSAGE AUTOMATISÉ DE L'AZOTE ET DU PHOSPHORE APRÈS DIGESTION AU BD-20

Appareil :

Autoanalyseur A.A. II de Technicon.

Réactifs :

Tous les réactifs utilisés doivent être de pureté analytique ou l'équivalent. Les solutions doivent être filtrées avant utilisation.

- 1) **Triton X-100 en solution alcoolique (méthanol 50 %)**
Ajouter 50 ml de Triton X-100 à 50 ml de méthanol et mélanger vigoureusement.
- 2) **Solution de lavage à l'eau.**
(Pour le système de fermeture seulement)
Ajouter 1 ml de triton X-100 en solution alcoolique à un litre d'eau distillée et mélanger.
- 3) **Solution de lavage dans le récipient de l'échantillonneur IV.**
Digestion à l'acide « Blanc » ou « Témoin ». Cette solution ne contient pas d'agent mouillant.

Réactifs pour l'azote :

- 4) **Solution tampon de phosphate-tartrate-pH 13,0.**
Dissoudre 50 g de tartrate de sodium et de potassium ($\text{NaKC}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) et 26,8 g de phosphate de sodium ($\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) dans 600 ml H_2O . Ajouter 54 g de NaOH et dissoudre. Laisser refroidir et ajouter 1 ml de Brij-35, diluer à un litre avec H_2O déminéralisée et mélanger.
- 5) **Solution de chlorure de sodium et d'acide sulfurique.**
Dissoudre 200 g de NaCl dans environ 1 litre H_2O déminéralisée. Ajouter 15 ml de H_2SO_4 concentré et 2 ml de Brij-35. Diluer à deux litres avec H_2O déminéralisée et mélanger.
- 6) **Solution d'hypochlorite de sodium 0,315 %.**
Diluer 6 ml de NaOCl à 100 ml avec de l'eau déminéralisée et mélanger. Préparer une solution fraîche chaque jour.

DOSAGE AUTOMATISÉ DE L'AZOTE ET DU PHOSPHORE APRÈS DIGESTION AU BD-20

Réactifs pour l'azote (suite)

7) **Solution de nitroprusside et de salicylate de sodium.**

Dissoudre 150 g de salicylate de sodium ($\text{NaC}_7\text{H}_5\text{O}_3$) et 0,3 g de nitroprusside de sodium ($\text{NaFe}(\text{CN})_5\text{NO}\cdot 2\text{H}_2\text{O}$) dans environ 600 ml d'eau déminéralisée. Ajouter 1 ml de Brij-35 et diluer à un litre avec eau déminéralisée. Mélanger vigoureusement.

Réactifs pour le phosphore

8) **Solution d'acide sulfurique 4,0 N.**

Lentement, ajouter 222 ml de H_2SO_4 concentré dans environ 1 500 ml d'eau déminéralisée. Refroidir à la température de la pièce et compléter à 2 litres avec l'eau. Ajouter 2 ml de triton X-100 en solution alcoolique et mélanger vigoureusement.

9) **Solution de chlorure de sodium 0,25 %.**

Dissoudre 5 g de NaCl dans environ 1 600 ml d'eau déminéralisée. Diluer à deux litres avec l'eau. Ajouter 10 ml d'Aérosol-22 et mélanger vigoureusement.

10) **Solution de molybdate/antimoine.**

Dissoudre 10,0 g de molybdate d'ammonium ($(\text{NH}_4)_6\text{MO}_7\text{O}_{24}\cdot 4\text{H}_2\text{O}$) et 0,15 g de tartrate d'antimoine et de potassium ($\text{K}(\text{SbO})\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6\cdot 1/2\text{H}_2\text{O}$) dans environ 800 ml d'eau déminéralisée. En mélangeant par tournoiement, prudemment, ajouter 60 ml de H_2SO_4 concentré. Refroidir à la température de la pièce et diluer à 1 litre avec H_2O . Mélanger vigoureusement. Conserver dans un récipient résistant à la lumière. Cette solution est stable environ 1 mois.

11) **Solution d'acide ascorbique 1,0 %.**

Dissoudre 2,5 g d'acide ascorbique ($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6$) dans environ 200 ml d'eau déminéralisée. Transférer cette solution dans un contenant résistant à la lumière. Ce réactif est stable deux (2) jours à condition qu'il soit conservé hermétiquement fermé et au réfrigérateur.

DOSAGE AUTOMATISÉ DE L'AZOTE ET DU PHOSPHORE APRÈS DIGESTION AU BD-20

Procédure :

1) **Départ**

- 1.1 Vérifier le niveau de réactifs dans chaque contenant, ceci afin de s'assurer qu'il y en a suffisamment pour la durée de l'analyse.
- 1.2 En excluant les lignes du salicylate, du Mo/Sb et de l'acide ascorbique, placer toutes les lignes de réactifs dans leur contenant respectif.
- 1.3 Quand les réactifs auront été aspirés pendant au moins cinq (5) minutes, placer les lignes mentionnées en 1.2 dans leur récipient et attendre que le système s'équilibre.

Remarque

Si un précipité se forme après l'addition du salicylate, retirer immédiatement toutes les lignes de leur réactif et les placer dans le récipient de lavage au Triton X-100 en solution alcoolique puis arrêter la pompe proportionnelle et nettoyer le serpentin avec H₂O déminéralisée. (Utiliser une seringue). La précipitation du salicylate de sodium est causée par un pH trop bas de la solution tampon de travail. Avant de repartir le système, vérifier la concentration de l'acide sulfurique et le pH de la solution tampon, pH environ 12,8 - 13,0.

- 1.4 Garder les lignes d'évacuation du dialyseur et la boucle de dilution initiale séparées des autres lignes d'évacuation ou laisser l'eau courante continuellement dans le récipient à déchet
- #### 2) **Fermeture**
- 2.1 Enlever toutes les lignes de réactifs de leur contenant et les placer dans le récipient du diluant d'eau-Triton X-100 pendant 5 minutes puis dans l'eau déminéralisée pendant 10 minutes.

DOSAGE AUTOMATISÉ DE L'AZOTE ET DU PHOSPHORE APRÈS DIGESTION AU BD-20

Procédure : (suite)

2) *Fermeture* (suite)

2.2 Après 10 minutes, arrêter la pompe proportionnelle et enlever le plateau de la pompe.

2.3 Pincer les tubes des sorties des dialyseurs avec des pinces à forcipressure afin de laisser de l'eau dans le circuit et éviter que les membranes à dialyse ne sèchent.

Remarque

Enlever d'abord les lignes de salicylate, Mo/Sb et acide ascorbique avant les autres lignes ceci afin d'éviter toute précipitation.

3) *Système opératoire*

3.1 S'assurer que les couvercles de plastique des cartouches analytiques sont en place quand le système est en opération.

3.2 Lorsque le Std Cal est réglé à 600 ou plus, le système peut être opéré en position Damp I, si nécessaire.

3.3 Ajuster les Std Cal des deux (2) colorimètres à 50 % de l'échelle de concentration.
Premier plateau 50, 50, 0, 0, 50, 0,
Deuxième plateau 1, 2, 3, 4, 21, 22, 23, 24, concentrations 50, 0, 50, 0, 0, 50, 0, 50.

3.4 Surveiller le temps de l'imprimante qui est susceptible de décaler de quelques secondes dû à la came (2:1).

DOSAGE AUTOMATISÉ DE L'AZOTE ET DU PHOSPHORE APRÈS DIGESTION AU BD-20

Procédure: (suite)

4) *Connexions du module*

Afin d'éviter les possibilités de contamination par l'air, les lignes à air du canal de l'azote doivent être attachées à une bouteille à air contenant de l'acide sulfurique (10 % V/V).

5) *Couleur de fond des réactifs*

5.1 Placer toutes les lignes dans le récipient d'eau de lavage et partir la pompe proportionnelle. Puis faire tous les ajustements nécessaires sur les colorimètres. Régler le contrôle du Std Cal sur le colorimètre de l'azote à 100 et celui du phosphore à 290. Ajuster les lignes de base à zéro sur chaque colorimètre lorsque le système aspire de l'eau.

5.2 Placer toutes les lignes dans leur récipient respectif et laisser le système s'équilibrer.

5.3 La lecture des réactifs comparée à l'eau déminéralisée ne devrait pas dépasser 14 unités (0,140 absorbance) pour le canal de l'azote et 5 unités (0,025 d'absorbance) pour le canal du phosphore. Si l'absorbance d'un des deux canaux est plus élevée que les valeurs mentionnées, un ou plusieurs réactifs ou l'eau utilisée pour faire les réactifs est (sont) probablement contaminé(s).

6) *Échelle de concentration*

6.1 Toutes les valeurs de concentration se rapportent à la concentration des composants dans le tube à digestion après la dilution au volume avec de l'eau déminéralisée.

DOSAGE AUTOMATISÉ DE L'AZOTE ET DU PHOSPHORE APRÈS DIGESTION AU BD-20

Procédure: (suite)

6) *Échelle de concentration* (suite)

6.2 Canal de l'azote.

Des échelles de concentration de 1-50 mg/l à 20-1000 mg/l peuvent être adaptées en changeant la grosseur de la cellule à flot continu, le dialyseur, les lignes de pompes de l'échantillonneur, du rééchantillonneur et du diluant tel qu'indiqué dans la table des échelles de concentration.

Échelle de concentration utilisée: 0-200 ppm

Longueur de la cellule à flot continu 15 mm, diamètre: 2,0 mm

Longueur du dialyseur: 15 cm (6 pouces)

Boucles de dilution

a) Éch.initial:

1: ligne de l'échan.: 0,16 O/J

2: ligne du diluant: 1,20 J/J

b) Rééchantillonnage:

1: ligne de l'éch.: 0,16 O/J

2: ligne du diluant: 0,80 R/R

6.3 Pour chaque configuration de matrice, on peut approximativement quintupler les valeurs de concentration en utilisant le contrôle du Std Cal de 100 et plus.

6.4 Canal du phosphore

Les échelles de concentration de 1-50 mg/l à 20-1 000 mg/l peuvent être adaptées en changeant la grosseur des lignes de l'échantillon, du rééchantillonneur et des lignes du diluant, comme indiqué à la table des échelles de concentration.

Échelle de concentration utilisée: 0-12,5 mg/tube

Std Cal réglage approximatif: 694

Longueur de la cellule à flot continu: 30 mm, diamètre 1,5 mm

DOSAGE AUTOMATISÉ DE L'AZOTE ET DU PHOSPHORE APRÈS DIGESTION AU BD-20

Procédure: (suite)

6) *Échelle de concentration* (suite)

6.4 Canal du phosphore

Longueur du dialyseur: 30 cm (12 pouces)

Boucles de dilution:

a) Éch. initiale:

1: ligne de l'échan.: 0,32 N/N

2: ligne du diluant: 1,00 Gris/Gris

b) Rééchantillonnage:

1: ligne de l'échan.: 0,32N/N

2: ligne du diluant: 0,80 R/R

6.5 Pour chaque configuration de matrice, on peut tripler les valeurs de concentration en utilisant le contrôle du Std. Cal. Le système est linéaire lorsqu'il est opéré à un Std Cal réglé à 200 ou plus.

7. *Sonde d'échantillonneur et diviseur de flots PT2*

Parce que l'acide sulfurique est susceptible d'attaquer l'acier inoxydable, on doit utiliser une sonde de l'échantillonneur spéciale « Kel-F » Technicon No. 171-0745-01 et un diviseur de flots PT2 à joints de platine No 116-B331.

8. *Procédure de nettoyage, canal du phosphore (seulement)*

Le procédé de nettoyage doit être fait au moment du démarrage du système une fois par semaine.

Placer toutes les lignes du phosphore, sauf celles de l'acide ascorbique et du molybdate-antimoine, dans leur récipient respectif. Démarrer la pompe proportionnelle et attendre cinq (5) minutes afin que le système s'équilibre. Placer les lignes de l'acide ascorbique et du Mo/Sb dans H₂O déminéralisée et bien rincer de cette façon.

DOSAGE AUTOMATISÉ DE L'AZOTE ET DU PHOSPHORE APRÈS DIGESTION AU BD-20

Procédure : (suite)

8. **Procédure de nettoyage, canal du phosphore (seulement)** (suite)

Placer les deux (2) lignes mentionnées plus haut dans une solution de NaOH à 20 % pour environ 5 minutes puis les placer dans H₂O₂ à 50 % un autre 50 minutes.

Enfin, replacer les mêmes lignes dans H₂O déminéralisée de 5 à 10 minutes.

Placer les lignes de l'acide ascorbique et du Mo/Sb dans leur récipient respectif, équilibrer quinze (15) minutes et suivre la procédure de démarrage puis calibrer

Une fois le nettoyage du système fait, conditionner le canal du phosphore tel que décrit plus loin. Le canal étant conditionné, il n'est pas nécessaire de refaire ce processus de nettoyage. *Par contre, le processus de nettoyage doit être fait une fois par semaine, à la fin des analyses de routine.*

Suivant la technique de démarrage, placer toutes les lignes du canal du phosphore dans leur récipient respectif et permettre au système de s'équilibrer.

Placer dans les trois (3) premiers godets des standards de valeur moyenne (50 % de l'échelle de concentration), placer la goupille arrêt-départ à côté du godet No 3, et démarrer l'échantillonneur. Aspirer cette série de standards trois fois; laisser cinq minutes de lavage entre chaque série. Après que le dernier pic du standard se soit enregistré, attendre dix (10) minutes et ajuster la ligne de base à zéro.

DOSAGE AUTOMATISÉ DE L'AZOTE ET DU PHOSPHORE APRÈS DIGESTION AU BD-20

Procédure: (suite)

Remarques

Tous les échantillons digérés à l'acide sont préparés au BD-20. Une fois la digestion complétée et le volume des solutions ajusté à 250 ml il est indispensable de les filtrer puis d'en conserver une partie, de 50 à 100 ml pour fin d'analyse.

Avec toutes les séries de digestion, il est recommandé de faire un échantillon en « Blanc » ou « Témoin » et un standard.

Pour la procédure de digestion au BD-20, il faut se rapporter à la publication No TA4-0323 de Technicon, section minéralisation.

Afin d'accélérer la précision de la pesée et de minimiser le plus possible les erreurs de manipulation, un seul standard sera pesé et digéré. Le poids du standard est 10 fois plus grand que le 100 % de l'échelle de concentration.

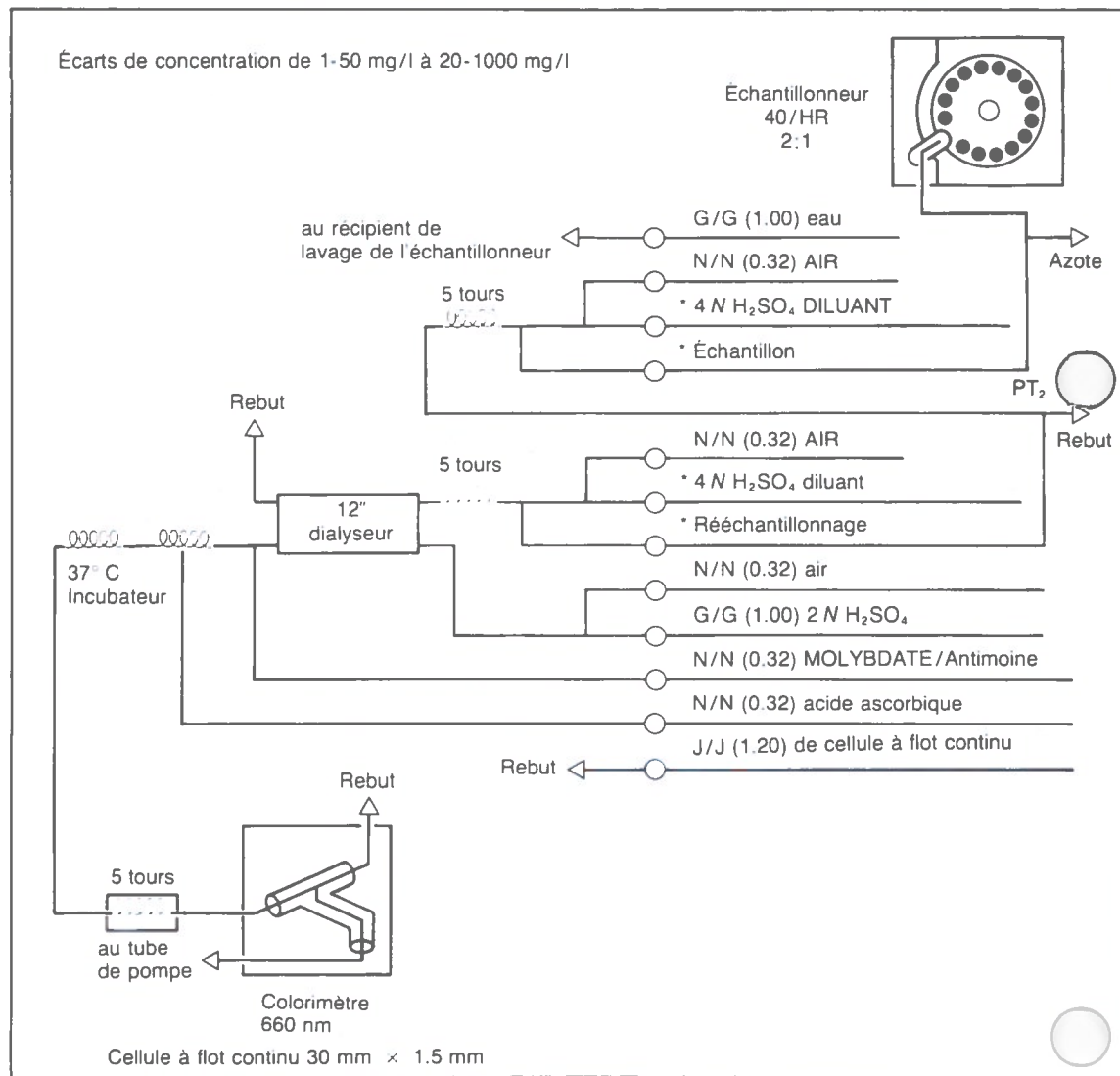
Références :

- 1) Official methods of the A.O.A.C., 13^{éd.} 1980. 7.026B à 7.031.
- 2) Individual/simultaneous determination of Nitrogen and/or phosphorus in BD acid digest, Industrial Methods, No 329-74 W/A Technicon Instruments Corporation, 1976.
- 3) Conseil des productions animales du Québec 1982. Répertoire des méthodes d'analyse des aliments du bétail agdex 400-55 pp 13-20.

DOSAGE AUTOMATISÉ DE L'AZOTE ET DU PHOSPHORE APRÈS DIGESTION AU BD-20

PHOSPHORE

Dosage colorimétrique automatisé

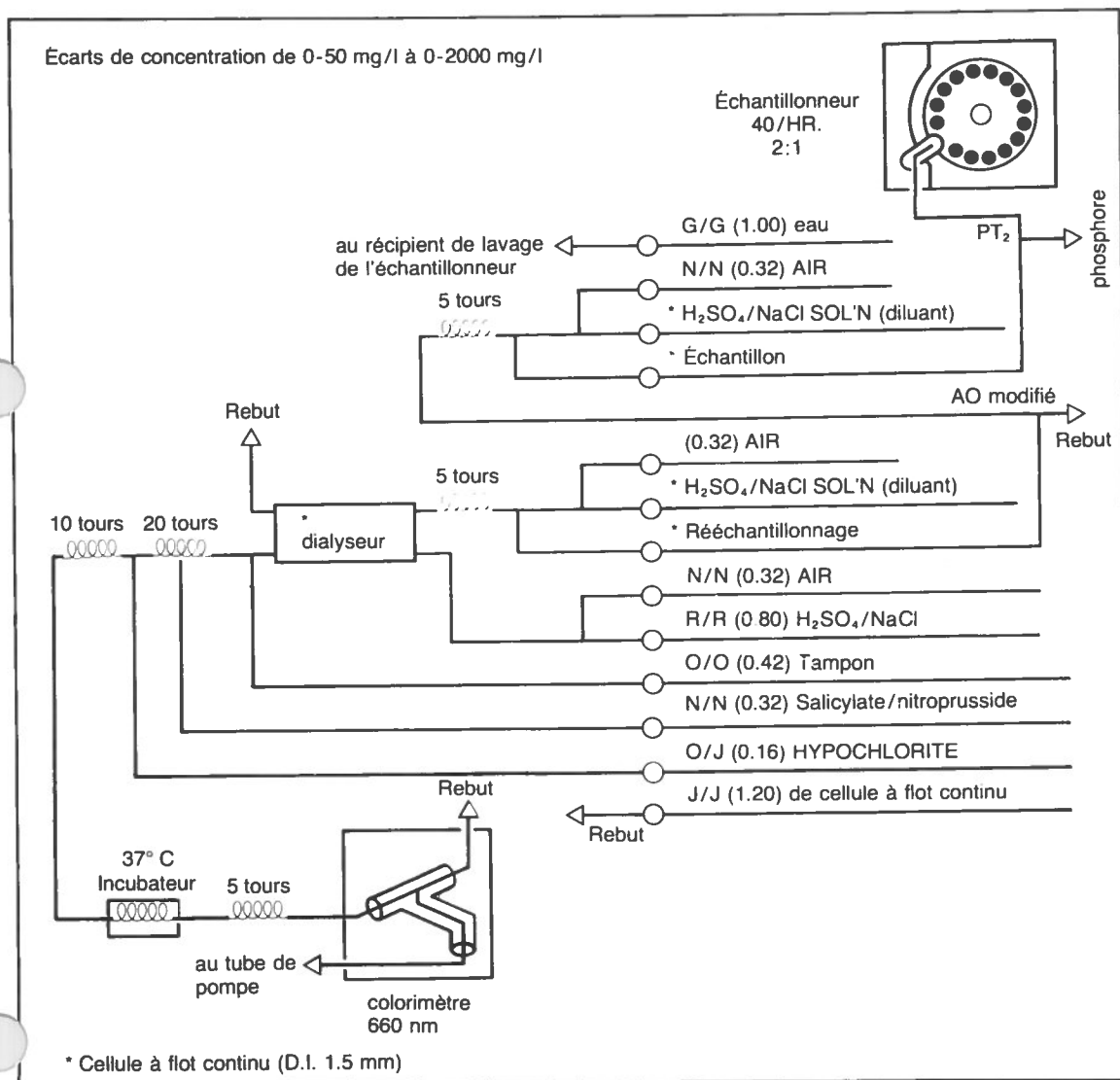


NOTE: les valeurs entre parenthèses représentent le volume aspiré en ml/min.

DOSAGE AUTOMATISÉ DE L'AZOTE ET DU PHOSPHORE APRÈS DIGESTION AU BD-20

AZOTE

Dosage colorimétrique automatisé



NOTE: Les valeurs entre parenthèses représentent le volume aspiré en ml/min



BORE SOLUBLE À L'EAU CHAUDE (méthode carmine)

Appareils :

Plaque chauffante
Spectrophotomètre dans le visible *ou* spectrophotomètre d'émission au plasma

Réactifs :

Les réactifs 1 à 3 ne sont pas nécessaire pour le dosage par émission au plasma.

- 1) Acide chlorhydrique concentré (HCl).
- 2) Acide sulfurique concentré (H₂SO₄).
- 3) Carmine (No 40 N.F.) 0,05 % P/P dans l'acide sulfurique concentré. Agiter pour dissoudre et conserver dans une bouteille en nalgène.
- 4) Solution étalon 100 ppm de bore. Dissoudre 0,5716 g d'acide borique recristallisé et préalablement séché à l'étuve (105°C) dans un litre d'eau déminéralisée. Conserver dans une bouteille en nalgène.
- 5) Solution standard de 0 à 5 ppm de bore. Diluer quotidiennement la solution-mère de 100 ppm pour obtenir les concentrations suivantes: 0,25, 0,50, 1,0, 2,0 et 3,0.

Procédure :

- 1) Prélever 25 cm³ de sol (tamisé à 2 mm) dans un bécher en verre libre de bore ou en teflon.
- 2) Ajouter 50 ml d'eau déminéralisée. Peser le bécher et son contenu.
- 3) Agiter, recouvrir d'un verre de montre, et chauffer à ébullition pendant 5 minutes.
- 4) Après ébullition, ajouter si nécessaire, la quantité d'eau déminéralisée perdue par évaporation, à partir du poids initial.
- 5) Laisser refroidir de 5 à 10 minutes, bien mélanger et filtrer sur un papier Whatman No 42 (ou l'équivalent). Si nécessaire pour aider à déposer le sol, centrifuger 15 minutes à 2 000 RPM.

BORE SOLUBLE À L'EAU CHAUDE (méthode carmine)

Procédure: (suite)

- 6) Analyser directement le filtrat (ou standard) par émission au plasma pour obtenir le bore.

ou

- 7) Pipetter 2 ml de l'extrait (ou du standard) dans un erlenmeyer de 50 ml en nalgène.
- 8) Ajouter 2 gouttes d'acide chlorhydrique concentré.
- 9) Mélanger et laisser refroidir.
- 10) Ajouter 10 ml de la solution de carmine 0,05 % (dans H₂SO₄) à l'extrait.
- 11) Mélanger et laisser reposer au minimum 45 minutes pour le développement de la couleur et mesurer le % transmittance à 585 nm après 2 heures. Le témoin (0 ppm B) utilisé est l'eau déminéralisée.

Calcul:

$$\begin{aligned} \text{Teneur en bore (ppm)} &= \frac{\text{Concentration lue} \times 50 \text{ ml}}{25 \text{ g}} \\ &= \text{Concentration lue} \times 2 \end{aligned}$$

Référence:

- 1) Black C.A., 1965. *Methods of soil analysis Part 2*. Agronomy 9, Amer. Soc. Agron. Madison, Wisconsin pp.949-951.

BORE SOLUBLE À L'EAU CHAUDE (méthode azométhine-H)

Appareils :

Plaque chauffante
Spectrophotomètre dans le visible ou spectrophotomètre d'émission au plasma ou auto-analyseur Technicon avec colorimètre

Réactifs :

Les réactifs 1 à 3 ne sont pas nécessaires pour le dosage par émission au plasma.

- 1) Agent de masquage tampon. Peser 560 g d'acétate d'ammonium, 40 g d'acétate de potassium, 40 g d'éthylène dinitrilo-tétraacétate-tétrasodique, 16 g d'acide nitrilotriacétique et ajouter à 480 ml d'eau déminéralisée dans un béccher en nalgène de 2 litres. Par la suite, ajouter lentement en agitant 140 ml d'acide acétique. Laisser reposer une nuit et filtrer si nécessaire, sur papier Whatman no 1. Conserver dans une bouteille en nalgène.
- 2) Azométhine-H. Dissoudre 0,9 g d'azométhine-H et 2 g d'acide ascorbique dans 10 ml d'eau déminéralisée en chauffant légèrement. Laisser refroidir et diluer à 100 ml. Cette solution est stable pour 14 jours au réfrigérateur. Conserver dans une bouteille en nalgène.
- 3) Darco G-60 (charbon activé).
- 4) Solution étalon 100 ppm de bore. Dissoudre 0,5716 g d'acide borique recristallisé et préalablement séché à l'étuve (105°C) dans un litre d'eau déminéralisée. Conserver dans une bouteille en nalgène.
- 5) Solution standard de 0 à 5 ppm. Diluer quotidiennement la solution-mère de 100 ppm pour obtenir les concentrations suivantes: 0,25, 0,50, 0,75, 1,0, 2,0 et 3,0.

BORE SOLUBLE À L'EAU CHAUDE (méthode azométhine-H)

Procédure :

- 1) Prélever 15 cm³ de sol (tamisé à 2 mm) dans un bécher en verre libre de bore ou en teflon.
- 2) Ajouter 30 ml d'eau déminéralisée et environ 5 cm³ de charbon activé (Darco G-60). Peser le bécher et son contenu.
- 3) Agiter, recouvrir d'un verre de montre et chauffer à ébullition pendant 5 minutes.
- 4) Après ébullition, ajouter si nécessaire, la quantité d'eau distillée perdue par évaporation, à partir du poids initial.
- 5) Laisser refroidir de 5 à 10 minutes, bien mélanger et filtrer sur un papier Whatman No 42. Le filtrat doit être limpide pour éviter toute interférence.
- 6) Analyser directement le filtrat (ou standard) par émission au plasma pour obtenir le bore.

ou

- 7) Pipetter 3 ml de l'extrait (ou du standard) dans un tube de 5 ml.
- 8) Ajouter 0,5 ml d'agent de masquage (pour éliminer l'interférence du fer, cuivre et aluminium) et 0,5 ml d'azométhine-H.
- 9) Mélanger et laisser reposer pendant une heure.
- 10) Effectuer la lecture à 430 nm sur le spectrophotomètre.
- 11) Le dosage colorimétrique peut être automatisé tel que le montre la figure 1.

BORE SOLUBLE À L'EAU CHAUDE (méthode azométhine-H)

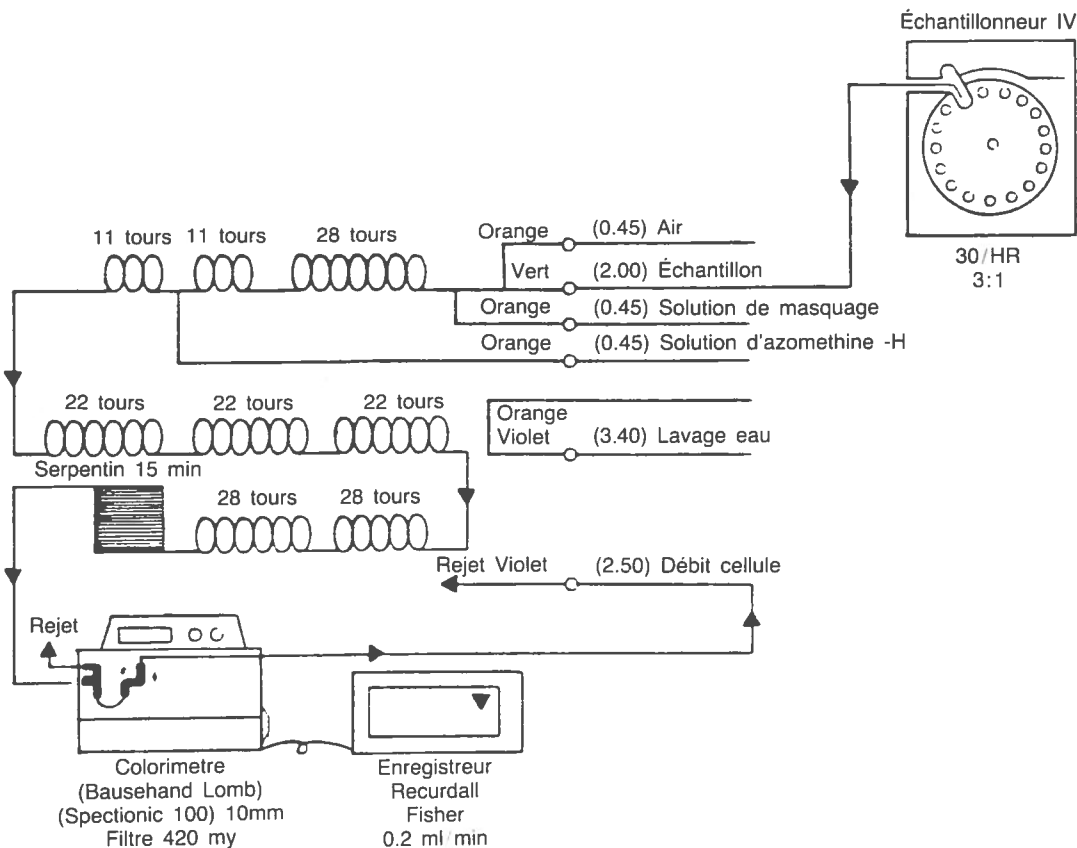


Figure 1 : Dosage automatisé du bore

Calcul :

$$\text{Teneur en bore (ppm)} = \frac{\text{Concentration lue} \times 30 \text{ ml}}{15}$$

$$= \text{Concentration lue} \times 2$$

Références :

- 1) Audesse P. 1982. *Principes et techniques d'analyse de sols*. Service de recherche en sol. MAPAQ pp 22-27.
- 2) Isaac R. 1984. *Laboratory procedures*. University of Georgia.



CATIONS ÉCHANGEABLES — ACÉTATE D'AMMONIUM (calcium, magnésium, potassium et sodium)

Appareil:

Spectrophotomètre d'absorption atomique ou Spectrophotomètre d'émission au plasma ou Auto-analyseur Technicon avec photomètre à la flamme

Réactifs :

1) Acétate d'ammonium 1N (pH 7,0)

1.1 À 16 litres d'eau déminéralisée, ajouter 1140 ml d'acide acétique glacial (99 %) et 1379 ml d'hydroxyde d'ammonium concentré. Compléter le volume à 20 litres et ajuster le pH à 7,0 avec l'acide acétique ou l'hydroxyde d'ammonium.

ou

1.2 Dissoudre 1542 g d'acétate d'ammonium dans l'eau déminéralisée et compléter à 20 litres. Ajuster le pH à 7,0 avec l'acide acétique ou l'hydroxyde d'ammonium.

2) Solutions étalons à 1 000 ppm de calcium, magnésium, potassium et sodium.

Prodécure :

- 1) Prélever une cuillère (3,0 cm³) de sol séché (tamisé à 2mm) dans un erlenmeyer de 125 ml.
- 2) Ajouter 30 ml d'acétate d'ammonium 1N et agiter durant 15 minutes.
- 3) Filtrer dans une fiole sur un papier Whatman No 42 ou l'équivalent (papier quantitatif).
- 4) Préparer les solutions standards à partir du 1 000 ppm de calcium, magnésium, potassium et sodium aux concentrations désirées dans l'acétate d'ammonium 1N.

CATIONS ÉCHANGEABLES — ACÉTATE D'AMMONIUM (calcium, magnésium, potassium et sodium)

Procédure : (suite)

- 5) Préparer la courbe de calibration à partir des solutions de calibration.
- 6) Procéder aux déterminations directement sur le filtrat (ou standard) obtenu. Si la concentration d'un élément est trop élevée, diluer l'échantillon à l'échelle de vos étalons.
 - 6.1 Pour l'analyse par absorption atomique à la flamme, l'addition de chlorure de lanthane 2 % est souhaitable pour éliminer les interférences des sulfates et phosphates sur le calcium, de même que l'interférence sur le potassium et sodium par le phosphore et l'aluminium à haute teneur.
 - 6.2 L'analyse par émission au plasma ne nécessite pas d'addition spéciale pour l'analyse de ces éléments.
 - 6.3 Pour le dosage du calcium et potassium, avec l'auto-analyseur Technicon, l'addition d'une solution de lithium et de lanthane éliminera l'interférence des sulfates et phosphates. De même, l'addition de chlorure de lanthane 4 % permettra une meilleure stabilité de la flamme lors du dosage du magnésium (voir détails du montage à la figure 1).

Calculs :

$$\text{Teneur(kg/ha)} = \frac{\text{ppm de la courbe} \times 30 \text{ ml} \times 2,24 \times \text{facteur dilution}}{3 \text{ cm}^3}$$

$$\text{Teneur(kg/ha)} = \text{ppm} \times 22,4 \times \text{facteur dilution}$$

CATIONS ÉCHANGÉABLES — ACÉTATE D'AMMONIUM (calcium, magnésium, potassium et sodium)

Références :

- 1) Grewelling T. et Peech M. 1965. *Chemical soil tests*. Cornell University, Ithaca, NY. Bull. 960.
- 2) Mackenzie A.F. 1981. *Methods of analysis of organic soils for available P and K*. Unpublished. Collège MacDonald Ste-Anne-de-Bellevue, Québec.
- 3) Jackson M.L. 1958. *Soil chemical analysis*. Prentice-Hall Inc. Englewood Cliffs, N.J. Chap. 4 et 5.
- 4) Amyot L.P. et Bernier B. 1962. *Méthodes d'analyse chimique usuelle des sols et tissu végétaux*. Les Presses de l'Université Laval pp 57-58.
- 5) Audesse P. 1982. *Principes et techniques d'analyse de sols*. Service de recherche en sols. MAPAQ pp 53-59.

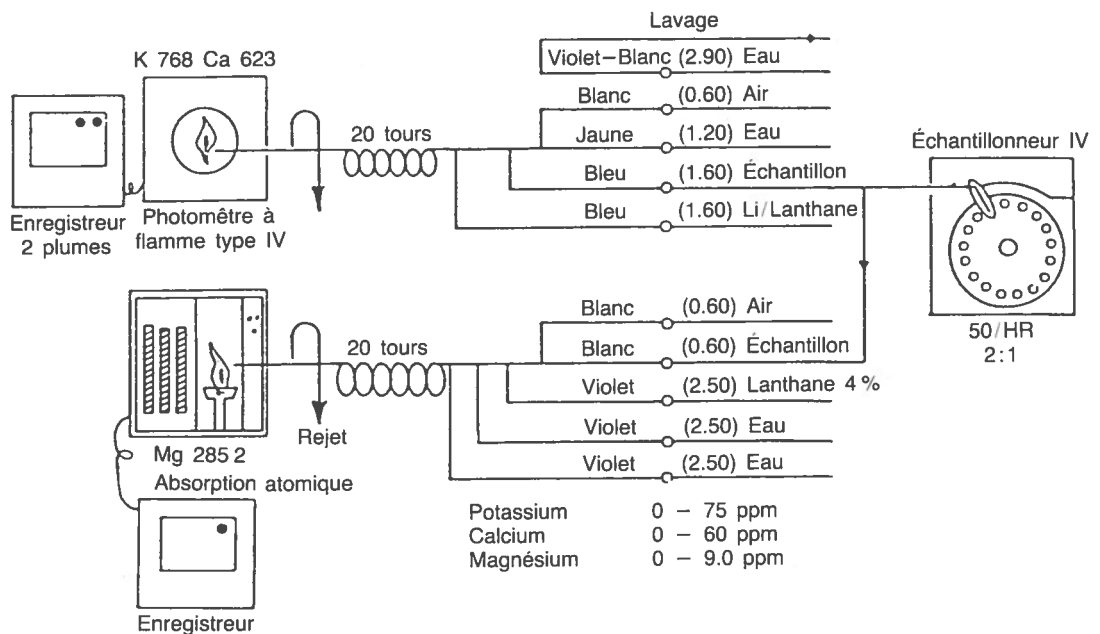


Figure 1: Dosage automatisé des minéraux



DÉTERMINATION DE LA CONDUCTANCE D'UN SOL

Appareil :

Conductivimètre

Réactif :

- 1) KCl 0,1N
Dissoudre 7,445g de chlorure de potassium dans 1 litre d'eau déminéralisée.

Procédure :

- 1) Calibrer le conductivimètre avec le KCl 0,1N selon la température de la solution.

Temps °C	18	19	20	21	22	23	24	25
mmhos	11,19	11,43	11,67	11,91	12,15	12,39	12,64	12,83

(KCl 0,1N)

- 2) Prélever 10 cm³ de sol sec (tamisé à 2 mm) dans une fiole de 125 ml.
- 3) Additionner 20 ml d'eau déminéralisée et agiter.
- 4) Laisser reposer 30 minutes.
- 5) Pipetter le surnageant et y mesurer directement la conductivité.

Référence :

- 1) Southern Cooperative Series. 1983. *Reference soil test methods for the southern region of the United States*. Bulletin 289.



DÉTERMINATION DE LA DENSITÉ

Appareil :

Cylindre 500 ml

Procédure :

- 1) Prendre le poids (en gramme) du cylindre vide.
- 2) Introduire 500 ml du lisier ou fumier liquide tel que reçu dans le cylindre.
- 3) Prendre le poids du cylindre rempli (en gramme).

Calculs :

$$\text{Densité (kg/m}^3\text{)} = \frac{\text{Poids cylindre plein(g)} - \text{poids cylindre vide(g)} \times 1\,000\,000 \text{ ml/m}^3}{500 \text{ ml} \times 1\,000 \text{ g/kg}}$$

d'où

$$\text{Densité (kg/m}^3\text{)} = \text{Poids cylindre plein (g)} - \text{poids cylindre vide (g)} \times 2$$



MISE EN SOLUTION DE TISSUS VÉGÉTAUX

Appareil:

Four à moufle

Réactif:

- 1) Acide chlorhydrique (HCl)(25 % V/V). Diluer 125 ml d'acide chlorhydrique concentré à 500 ml avec de l'eau déminéralisée.

Procédures:

- 1) Bien laver les creusets de porcelaine à l'eau déminéralisée.
- 2) Faire sécher les creusets dans une étuve à 100°C.
- 3) Refroidir au dessiccateur.
- 4) Peser $1 \pm 0,0001$ g, d'échantillon dans chaque creuset.
- 5) Mettre au four à 500°C pendant au moins 4 heures.
- 6) Ajouter à chaque creuset 10 ml de HCl 25 %.
- 7) Transvider dans des fioles jaugées à 50 ml en rinçant bien les creusets. Compléter le volume à 50 ml avec de l'eau déminéralisée.
- 8) Effectuer l'analyse des minéraux désirées par spectrophotomètre d'absorption à la flamme ou d'émission au plasma.

Référence:

Guilbault J. *Procédures de laboratoire*. MAPAQ Rock Forest.



DÉTERMINATION DU CARBONE ORGANIQUE(WALKLEY-BLACK MODIFIÉE) (applicable au sol ayant moins de 20 % de matière organique)

Appareils :

Burette
Agitateur magnétique

Réactifs :

- 1) Dichromate de potassium 1N.
Dissoudre 49,04 g de dichromate de potassium ($K_2Cr_2O_7$) dans l'eau déminéralisée et diluer à 1 litre.
- 2) Sulfate ferreux 0,5N.
Dissoudre 140 g de $FeSO_4 \cdot 7H_2O$ dans 500 ml d'eau déminéralisée, y ajouter 40 ml d'acide sulfurique concentré et laisser refroidir. Compléter le volume à 1 litre et bien mélanger.
- 3) Diphénylamine sulfonate de barium 0,16 % P/V dans l'eau déminéralisée.
- 4) Acide sulfurique concentré (96 % ou plus) (H_2SO_4).
- 5) Acide phosphorique concentré (85 %) (H_3PO_4).

Procédure :

- 1) Peser 0,25 g de sol (tamisé à 100 mesh) dans une fiole conique de 250 ml et y ajouter 10 ml de dichromate de potassium 1N.
- 2) Ajouter 20 ml d'acide sulfurique concentré, agiter vigoureusement pendant 1 minute et laisser reposer pendant 30 minutes.
- 3) Ajouter 100 ml d'eau déminéralisée, 10 ml d'acide phosphorique concentré et 2 ml de la solution indicatrice de diphénylamine sulfonate de barium. (**N.B.** Le point de virage sera plus net avec l'addition de 500 ml d'eau au lieu de 100 ml).
- 4) Titrer l'excès de dichromate de potassium avec le sulfate ferreux (0,5N); lors de l'apparition de la coloration violette ou bleue, titrer lentement jusqu'à la coloration finale verte.

DÉTERMINATION DU CARBONE ORGANIQUE(WALKLEY-BLACK MODIFIÉE)

(applicable au sol ayant moins de 20 % de matière organique)

Procédure: (suite)

5) Préparation des témoins.

Introduire dans deux erlenmeyers, 10 ml de dichromate de potassium 1N et 20 ml d'acide sulfurique concentré. Brasser et compléter le titrage tel que décrit aux étapes 3 et 4 précédemment (**N.B.** Les témoins doivent être analysés juste avant le titrage des échantillons de sol).

Remarques: Si le titrage prend moins de 4 ml de sulfate ferreux 0,5N (i.e. plus de 80 % de dichromate est réduit) il faut analyser la matière organique si le volume de titrant est proche du témoin, prendre une quantité plus importante de sol. Il est à noter que si le point de virage est dépassé, ajouter 0,5 ml de la solution de dichromate et poursuivre le titrage.

Calculs:

Considérant que: 1 ml $K_2Cr_2O_7$ 1N = 4 mg de C

$$\% C = \frac{\text{ml } K_2Cr_2O_7 \text{ 1N réduit} \times 0,004 \times 100}{\text{poids du sol (g)}}$$

Considérant que: matière organique (M.O.) = C \times 1,724

$$\% M.O. = \frac{\text{ml } K_2Cr_2O_7 \text{ 1N réduit} \times 0,0069 \times 100}{\text{poids du sol (g)}}$$

Références:

- 1) Black C.A. 1965. *Methods of soil analysis. Part 2.* Agronomy 9, Amer.Soc.Agron.Madison,Wisconsin Sin. pp 1374-1375.
- 2) Wakley A et Black C.A. 1934. *An examination of the Degtjareff method for determining soil organic matter and a proposal modification of the chromic acid titration method.* Soil Sci. 37: 29-38

DÉTERMINATION DE LA MATIÈRE ORGANIQUE PAR INCINÉRATION

(applicable au fumier et à tout sol)

Appareils :

Four à moufle
Creusets 30 ml

Procédure :

- 1) Sécher l'échantillon de sol ou de fumier pendant une nuit à 105°C.
- 2) Nettoyer les creusets en les chauffant au rouge puis laisser refroidir au dessiccateur pendant 10 minutes.
- 3) Prendre le poids (P_0) du creuset vide. Ajouter de 1 à 2 g de sol séché ou du fumier. Noter le poids final (P_1).
- 4) Calciner le sol au four à 375°C pendant 16 heures.
- 5) Laisser refroidir dans un dessiccateur et peser le creuset contenant les cendres (P_2).

Calculs :

$$\% \text{ Matière organique} = (1 - (P_2 - P_0 / P_1 - P_0)) \times 100$$

Calcul d'estimé par équation de régression (pour les sols)

Références :

- 1) Bell D.F. 1964. *Loss-on-ignition as an estimate of organic matter and organic carbon in non-calcareous soils*. J. Soil Sci. 15: 84-92.
- 2) Dionne J.L. et Gagné R. 1981. *Méthodes d'analyse chimique des fumiers*. Non-publié.

DÉTERMINATION DE LA MATIÈRE SÈCHE PAR CHAUFFAGE

(applicable aux fumiers et lisiers)

Appareils :

Plaque chauffante *ou* étuve

Procédure :

- 1) Pour les fumiers solides, peser dans trois contenants, environ 20 g d'échantillon que l'on sèche sur une plaque chauffante à 45°C jusqu'à point constant (environ 24 heures).
- 2) Pour les fumiers liquides et lisiers, prélever à l'aide d'un cylindre gradué, 10 ml de l'échantillon homogénéisé.
- 3) Évaporer doucement le mélange sur une plaque chauffante jusqu'à l'obtention d'une pâte.
- 4) Compléter le séchage dans une étuve à air forcé pendant une nuit à 105°C.
- 5) Refroidir au dessiccateur pendant 10 minutes et peser.
- 6) Il est à noter que l'azote ammoniacal doit être déterminée sur l'échantillon frais avant séchage.

Calcul :

$$\% \text{ matière sèche} = \frac{\text{Poids du liser sec}}{\text{Poids du lisier liquide}} \times 100 \%$$

Références :

- 1) Dionne J.L. et Gagné R. 1981. *Méthodes d'analyse chimique des fumiers*. Non-publiée
- 2) Black C.A. 1965. *Methods of soil analysis Part.1* Agronomy 9, Amer.Soc.Agron. Madison, Wisconsin. p 92



DÉTERMINATION DE LA MATIÈRE SÈCHE-HYDROMÈTRE TUNNEY (applicable au lisier)

Appareil :

Hydromètre de Tunney
Cylindre de 1 litre avec bouchon

Procédure :

- 1) Dans un cylindre de 1 litre, introduire 1 000 ml de lisier.
- 2) Agiter 2 à 3 fois le cylindre par inversion.
- 3) Introduire l'hydromètre de Tunney dans le lisier et lire directement, après stabilisation, le pourcentage de matière sèche. Si le résultat est supérieur à 8 %, diluer l'échantillon avec un volume égal d'eau, prendre la lecture et multiplier le résultat par 2.
- 4) Évaluer le pourcentage approximatif d'azote, phosphore et potassium d'après le tableau 1.

TABLEAU 1. Teneur approximative du lisier de porc en N-total, N-NH₄, P₂O₅ et K₂O en kg/m³, pour différentes valeurs de matière sèche déterminée à l'hydromètre.

Matière sèche (%)	kg/m ³					
	N-total	N-NH ₄	P ₂ O ₅	K ₂ O	Ca	Mg
1	1	0,8	0,4	0,6	0,6	0,1
2	2	1,5	0,9	1,2	0,9	0,2
3	3	2,2	1,6	1,6	1,3	0,3
4	4	2,8	2,1	1,9	1,6	0,4
5	5	3,5	2,6	2,2	2,0	0,5

DÉTERMINATION DE LA MATIÈRE SÈCHE-HYDROMÈTRE TUNNEY

(applicable au liser)

Références :

- 1) Dionne J.L. et Gagné R. 1981. *Méthode d'analyse chimique des fumiers*. Non-publié.
- 2) Tunney H. et Molloy S. 1975. *Field test for estimating dry matter and fertilizer value of slurry*. Preliminary report. J. Agri.Res. 14: 84-86.
- 3) Tunney H. 1977. *Fertilizer value of animal manures*. Utilization of manure by land spreading. Voorburg ed. C.E.C. pp 7-19.

DÉTERMINATION DES MINÉRAUX ET OLIGO-ÉLÉMENTS PAR LA MÉTHODE MEHLICH

Appareils :

Agitateur rotatif
Spectrophotomètre dans le visible ou auto-analyseur Technicon
Spectrophotomètre d'absorption atomique ou spectrophotomètre d'émission au plasma

Réactifs :

- 1) **Solution extractive Mehlich-III** ($\text{CH}_3\text{COOH}(0,2N) + \text{NH}_4\text{NO}_3(0,25N) + \text{NH}_4\text{F}(0,015N) + \text{HNO}_3(0,013N) + \text{EDTA}(0,001M)$).
 - 1.1 Solution mère de $\text{NH}_4\text{F}(1,5N) + \text{EDTA}(0,1M)$
Dissoudre 55,56 g de fluorure d'ammonium (NH_4F) dans environ 600 ml d'eau déminéralisée.
Ajouter 29,23 g de EDTA (acide éthylène-diamine tetraacétique P.M. 292,24) au mélange et agiter pour dissoudre. Compléter le volume 1 litre avec l'eau déminéralisée.
 - 1.2 À 8 litres d'eau déminéralisée, ajouter 200,1 g de nitrate d'ammonium (NH_4NO_3), 100 ml de la solution mère 1.1, 115 ml d'acide acétique glaciale (CH_3COOH), 82 ml d'acide nitrique (HNO_3) 10 % V/V et compléter le volume à 10 litres avec de l'eau déminéralisée.
 - 1.3 Conserver dans un contenant de plastique.
- 2) **Solutions pour dosage automatisé du phosphore**
 - 2.1 Solution molybdate/antimoine
Dissoudre 30 g de molybdate d'ammonium ($(\text{NH}_4)_6\text{MO}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) dans 600 ml d'eau déminéralisée. Ajouter 0,15 g d'antimoine potassium tartrate ($\text{KSbO} \cdot \text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6$) et compléter le volume à 1 litre avec de l'eau déminéralisée.

DÉTERMINATION DES MINÉRAUX ET OLIGO-ÉLÉMENTS PAR LA MÉTHODE MEHLICH

Réactifs: (suite)

2) **Solutions pour dosage automatisé du phosphore** (suite)

2.2 Acide sulfurique 2N

Prélever 56 ml d'acide sulfurique concentré dans 400 ml d'eau déminéralisée. Ajouter environ 1 ml d'agent Aerosol 22 et compléter au volume de 1 litre avec de l'eau déminéralisée. La solution doit être renouvelée à chaque jour.

2.3 Solution d'acide ascorbique

Dissoudre 12 g d'acide ascorbique dans environ 150 ml d'eau déminéralisée et compléter à 200 ml. Ajouter 1 ml de « Levure V » (agent mouillant). Bien mélanger par inversion.

3) **Solutions pour dosage manuelle du phosphore**

Le dosage de P par colorimétrie manuelle peut être fait selon 3 procédés soient:

3.1 Méthode de molybdate d' NH_4 et amino-naphtol-sulfonique:

mêmes réactifs que ceux décrits pour Bray-2(voir méthode PH-3).

3.2 Méthode de molybdate d' NH_4 et acide ascorbique:

mêmes réactifs que ceux décrits pour Bray-1(voir méthode PH-4).

3.3 Méthode de molybdate d' NH_4 et acide ascorbique avec dilution.

DÉTERMINATION DES MINÉRAUX ET OLIGO-ÉLÉMENTS PAR LA MÉTHODE MEHLICH

Réactifs: (suite)

3) **Solution pour dosage manuelle du phosphore** (suite)

3.3A Solution combinée A

Dissoudre 12 g de molybdate d'ammonium($(\text{NH}_4)\text{MO}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) dans 250 ml d'eau déminéralisée. Dans une autre fiole jaugée de 100 ml, dissoudre 0,2908 g de Potassium Antimoine Tartrate dans 80 ml d'eau. Compléter au trait de jauge avec de l'eau déminéralisée. Transvider les deux solutions précédentes dans une fiole jaugée de 2 litres contenant déjà 1000 ml de H_2SO_4 5N (141 ml de H_2SO_4 conc/litre). Compléter au trait de jauge de 2 litres avec de l'eau déminéralisée. Bien mélanger par inversion. Garder dans un endroit à l'abri de la lumière à 4°C.

3.3B Solution de travail B

Dissoudre 1,056 g d'acide ascorbique dans 200 ml de la solution A. Cette solution doit être renouvelée à tous les jours.

4) **Solution étalon de phosphore (100 ppm)**

Dissoudre 0,4393 g de KH_2PO_4 dans environ 600 ml de solution extractive Mehlich III. Compléter à 1 litre avec la solution extractive.

5) **Solution étalon de 1000 ppm** pour calcium, magnésium, sodium, potassium, fer, cuivre, zinc, manganèse, bore et aluminium.

6) **Solutions pour dosage des minéraux par absorption atomique**

Solution de suppresseur ionique + suppresseur d'interférence (0,06 % CsCl + 0,2 % LaCl_3).

Dissoudre 3,16 g de chlorure de Césium (CsCl) dans 100 ml d'une solution de chlorure de Lanthane (LaCl_3 10 %).

7) **Solution standard.**

Selon l'instrument utilisé et les concentrations désirées, préparer une série de standard pour calibration pour chaque minéraux.

DÉTERMINATION DES MINÉRAUX ET OLIGO-ÉLÉMENTS PAR LA MÉTHODE MEHLICH

Procédure :

1) *Extraction*

- 1.1 Prélever 3 cm³ de sol tamisé à 2 mm dans des fioles erlenmeyers de 125 ml.
- 1.2 Ajouter 30 ml de solution extractive (Mehlich III) (rapport sol:solution 1:10)
- 1.3 Agiter pendant 5 minutes à l'aide d'un agitateur rotatif (120 oscillations/min)
- 1.4 Filtrer avec un papier filtre Whatman No 40 et recueillir le filtrat.

2) *Dosage*

2.1 *Dosage de P par colorimétrie manuelle*

Le dosage de P par colorimétrie manuelle peut être fait selon 3 procédés suivants:

- A. Méthode de molybdate d' NH_4 et amino-naphtolsulfonique: même procédé que celui décrit pour Bray-2 (voir méthode PH-3).
- B. Méthode de molybdate d' NH_4 et acide ascorbique:
même procédé que celui décrit pour Bray-1 (voir méthode PH-4).
- C. Méthode de molybdate d' NH_4 et acide ascorbique avec dilution:
 - préparer une gamme de solutions standards: 0;1,0; 2,0; 4,0 et 6,0 μm de P préparées dans la solution Mehlich III. Utiliser la solution Mehlich III diluée(2/25) (V/V) comme blanc.
 - pipetter 2 ml de l'extrait (standard ou témoin) de sol exempt de turbidité dans une fiole jaugée de 25 ml.

DÉTERMINATION DES MINÉRAUX ET OLIGO-ÉLÉMENTS PAR LA MÉTHODE MEHLICH

Procédure: (suite)

2) **Dosage** (suite)

- ajouter 15 ml d'eau déminéralisée et 4 ml de solution B (section réactifs 3.3B)
- compléter à 25 ml avec de l'eau déminéralisée. Bien mélanger par inversion
- laisser reposer 10 minutes puis lire l'absorbance à 882 nm.

2.2 *Dosage du P par colorimétrie automatique*

(Auto Analyseur Technicon)

- A. Mettre en marche les différents modules de l'Auto-Analyseur Technicon au moins 30 minutes au préalable.
- B. Placer chacun des tubes (voir schéma de dosage de P à l'Auto-Analyseur) dans leur réactif respectif. Laisser pomper 20 minutes afin que le système s'équilibre.
- C. Placer la sonde de l'échantillonneur dans le standard le plus élevé. Lorsque la valeur maximum est atteinte, ajuster la valeur du standard sur le papier graphique de l'enregistreur avec le contrôle « Std Calib ».
- D. Disposer les standards sur un plateau à échantillons et mettre en marche l'échantillonneur Technicon. Les solutions standards utilisées ont des concentrations de 0; 2,0; 4,0; 6,0 et 8,0 ppm de P, dans une solution matrice de Mehlich III. La gamme standard est linéaire jusqu'à 10 ppm de P.
- E. On utilise de l'eau déminéralisée additionnée de quelques gouttes de Levure V comme solution lavage.

DÉTERMINATION DES MINÉRAUX ET OLIGO-ÉLÉMENTS PAR LA MÉTHODE MEHLICH

Procédure (suite)

2) Dosage (suite)

2.3 Dosage de K, Ca, Mg ainsi que Cu, Zn, Mn et Al par absorption atomique.

- A. Les extraits (Mehlich III) du sol sont dosés par l'absorption atomique conventionnelle en présence d'un suppresseur ionique et suppresseur d'interférence combinés (chlorure de Césium 0,06 % + chlorure de Lanthane 0,2 %, réactif No 6) à raison de 1 ml par 50 ml d'extrait dilué.
- B. Pour éviter toute co-précipitation de CsCl et LaCl₃ en présence de l'extrait de Mehlich III, il est préférable de faire des dilutions dans l'eau déminéralisée. Les dilutions dans l'eau diminuent aussi la concentration des sels dissouts déposés à la surface du brûleur.
Exemple de dilution 1/10:
 - 5 ml de l'extrait du sol
 - 1 ml de solution « suppresseur »
 - compléter avec l'eau à 50 ml.
- C. Les solutions standards sont également diluées en milieu aqueux.

2.4 Dosage de P, K, Ca, Mg, Na ainsi que Cu, Zn, Mn et Al par spectrométrie d'émission au plasma

- A. Les extraits de sol (Mehlich III) sont dosés directement par émission au plasma sans l'addition de standard interne ou suppresseur d'interférence.
- B. Les paramètres instrumentaux et les caractéristiques optiques de l'émission au plasma sont différents d'un instrument à l'autre.

DÉTERMINATION DES MINÉRAUX ET OLIGO-ÉLÉMENTS PAR LA MÉTHODE MEHLICH

Procédure : (suite)

2) Dosage (suite)

- C. Dans le cas des extraits de sol (Mehlich III) dosés par émission au plasma, on dose à la fois le phosphore organique dans l'extrait. Ceci peut résulter en une légère surestimation de P dans l'extrait surtout dans le cas de sols riches en matière organique. Les teneurs en P dosés par émission au plasma peuvent être légèrement plus élevées que celles dosées par colorimétrie.
- D. L'aluminium présent dans les extraits de sol produit une interférence spectrale non négligeable affectant le canal du phosphore. Si cette interférence se situe à plus de 10 % de la valeur lue au spectromètre, il convient, afin d'améliorer la précision du dosage du phosphore par émission au plasma, de procéder à une correction inter-éléments en intégrant dans l'ordinateur le facteur de correction $K_1 = 0,00649$. Ceci s'applique surtout dans le cas de sols pauvres en P et riches en aluminium (100 ppm).

Calculs :

Teneur(ppm) = concentration lue (ppm) × facteur dilution

Teneur(kg/ha) = concentration lue (ppm) × facteur dilution × 2,24

Interprétation des résultats

1. Phosphore

Sol minéral : P-Mehlich III(kg/ha) = 0,79(P-Bray 2) - 31

P-Bray 2 (kg/ha) = 1,27(P-Mehlich) + 39,2

Sol organique: P-Bray 2 (kg/ha) = 1,22(P-Mehlich)

(Il y a une bonne corrélation entre P-Mehlich III et P-Bray 2 dans la majorité des sols du Québec. Cependant, dans le cas des sols contenant des apatites ou des sols sablonneux acides et riches en aluminium amorphe, la méthode Bray-2 surestime le P assimilable et donne des valeurs plus élevées que celles obtenues de ces équations).

DÉTERMINATION DES MINÉRAUX ET OLIGO-ÉLÉMENTS PAR LA MÉTHODE MEHLICH

Calculs : (suite)

2) **Potassium et sodium**

Les valeurs de K-Mehlich III sont identiques à celles de K-Acétate d' NH_4 et Na-Mehlich III à celles de Na-Acétate.

3) **Calcium**

Ca-Mehlich (kg/ha) = 1,10 Ca-Acétate

4) **Magnésium**

Mg-Mehlich (kg/ha) = 1,11 Mg-Acétate

5) **Oligo-éléments**

Ces équations pourraient être utilisées:

Zn : Zn-Mehlich III (ppm) = 1,15 Zn-DTPA + 0,64

Zn-Mehlich III (ppm) = 0,50 Zn-HCl (0,1N) + 0,16

Cu : Cu-Mehlich III (ppm) = 1,24 Cu-DTPA + 0,29

Cu-Mehlich III (ppm) = 0,66 Cu-HCl + 0,07

Mn : Mn-Mehlich III (ppm) = 0,85 Mn-DTPA + 10,3

Mn-Mehlich III (ppm) = 0,35 Mn-HCl + 4,43

B : B-Mehlich III (ppm) = 1,01 B- H_2O chaude + 0,15

Fe : Fe-Mehlich III (ppm) = 1,04 Fe-DTPA + 110

Fe-Mehlich III (ppm) = 0,59 Fe-HCl + 108

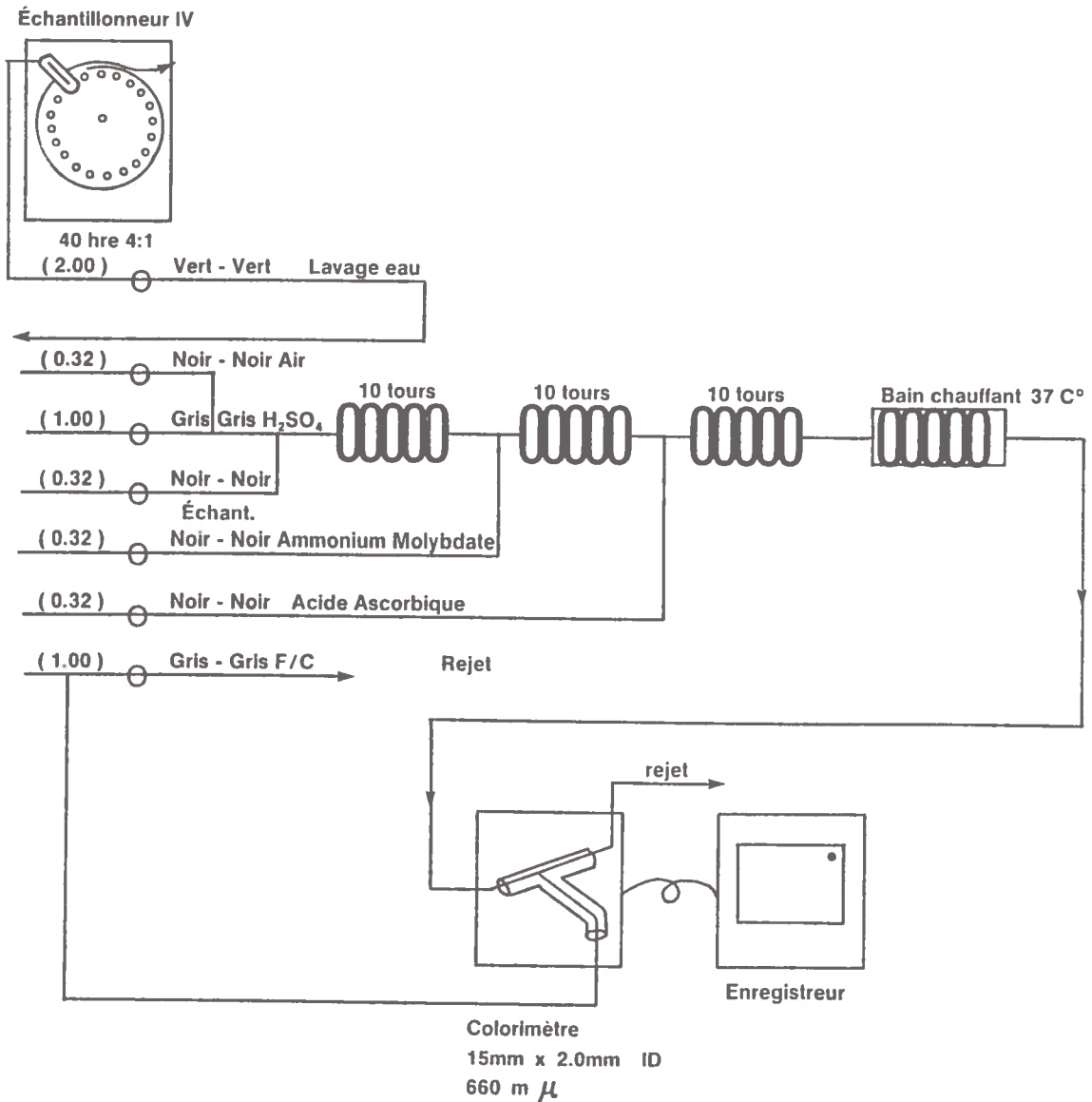
DÉTERMINATION DES MINÉRAUX ET OLIGO-ÉLÉMENTS PAR LA MÉTHODE MEHLICH

Références:

- 1) Mehlich, A. 1984. Mehlich 3 soil test extractant: A modification of Mehlich 2 extractant. Commun. in Soil Sci. Plant Anal. 15(12):1409-1416.
- 2) Tran, Sen T. et Giroux M. 1987. Disponibilité du phosphore dans les sols neutres et calcaires du Québec en relation avec leurs caractéristiques chimiques et physiques. Can. J. Soil Sci. 67: 1-16.
- 3) Wolf, Ann M. et Baker, D.E. 1985. Comparison of soil test phosphorus by Olsen, Bray P₁, Mehlich 1 soil test, Mehlich III soil test. Commun. in Soil Sci. Plant Anal. 16(5):467-484.
- 4) Michaelson, G.J., Ping, C.L. et Mitchell, G.A. 1987. Correlation of Mehlich 3, Bray-1 and ammonium acetate extractable P, K, Ca and Mg for Alaska agricultural soils. Commun. in Soil Sci. Plant Anal. 18(9):1003-1015.

DÉTERMINATION DES MINÉRAUX ET OLIGO-ÉLÉMENTS PAR LA MÉTHODE MEHLICH

Schéma de fonctionnement pour le dosage du phosphore extractible (Melich III) par autoanalyseur technicon



MINÉRALISATION DU FUMIER PAR ACIDE SULFURIQUE/SÉLÉNIEUX

Appareil :

Minéralisateur BD-20 ou BD-40

Réactifs :

- 1) Acide sulfurique concentré (H_2SO_4)
- 2) Acide sélénieux (H_2SeO_3)
- 3) Peroxyde d'hydrogène 30 %
- 4) Solution d'acide sulfurique/sélénieux
Dissoudre 97 g d'acide sélénieux dans 100 ml d'eau déminéralisée. Additionner cette solution à 9 litres d'acide sulfurique concentré et bien mélanger.

Procédure :

- 1) Peser 3,5 g d'échantillon homogénéisé.
- 2) Ajouter 2-3 pierres à ébullition Alumdum et 6 ml du mélange d'acide sulfurique/sélénieux. Bien mélanger.
- 3) Ajouter 4 ml de peroxyde 30 %, agiter puis attendre l'arrêt de l'effervescence.
- 4) Déposer au minéralisateur BD-20 pour 1 heure à 400°C.
- 5) Laisser refroidir et diluer avec de l'eau déminéralisée à 250 ml.

Référence :

- 1) Issac, R.A. et Johnson W.C. 1976. Determination of total nitrogen on plant tissues using BD-40 digestion. J.A.O.A.C. 59: 98-100.



MINÉRALISATION DU FUMIER PAR ACIDE PERCHLORIQUE/NITRIQUE

Appareil :

Minéralisateur micro-Kjeldahl

Réactifs :

- 1) Acide nitrique conc. HNO_3 70 %
- 2) Acide perchlorique conc. HClO_4 70 %
- 3) Acide chlorhydrique conc. HCl

Procédure :

- 1) Peser 1,0 gramme d'échantillon homogénéisé dans un ballon Kjeldahl de 100 ml.
- 2) Additionner 10 ml d'acide nitrique et 2,5 ml d'acide perchlorique et quelques billes de verre.
- 3) Digérer sur le minéralisateur en présence d'excès d'acide nitrique jusqu'à décomposition de la matière organique. Si le dosage du soufre est requis ajouter 5 ml d'acide chlorhydrique concentré et chauffer jusqu'à obtention de fumée blanche.
- 4) Refroidir, filtrer et transférer dans un ballon volumétrique de 100 ml.

Référence :

- 1) Walsh L.M. 1971. Instrumental methods for analysis of soils and plant tissue. Soil Science Society of America. Madison Wisconsin pp 29-32.



DOSAGE DU CALCIUM, POTASSIUM, ET MAGNÉSIUM (Suite à minéralisation en milieu acide)

Appareil:

Spectrophotomètre d'absorption atomique *ou* spectrophotomètre d'émission au plasma.

Réactifs:

- 1) **Complexant A** (pour digestion avec acide sulfurique/sélénieux)
Dissoudre 13,3 g de EDTA dans une solution de 60 ml d'hydroxyde d'ammonium concentré et 400 ml d'eau déminéralisée.
- 2) **Complexant B** (pour digestion avec acide nitrique/perchlorique)
Mettre 58,6 g d'oxyde de lanthane (La_2O_3) dans 50 ml d'eau déminéralisée. Ajouter 100 ml d'acide chlorhydrique concentré et 750 ml d'eau déminéralisée. Chauffer pour dissoudre, si nécessaire. Refroidir et compléter à 1 litre avec l'eau déminéralisée.
- 3) **Solutions étalons** de 1 000 ppm de calcium, magnésium et potassium.

Procédure:

- 1) Suite à une digestion du fumier en milieu sulfurique/ sélénieux (voir MI-1), mélanger les extraits (échantillons, standards et témoins) dans une proportion de 1:3 respectivement avec le complexant A.

ou
- 2) Suite à une digestion du fumier en milieu nitrique/perchlorique (voir MI-2), pipetter 10 ml d'extrait et ajouter 25 ml de complexant B. Compléter le volume à 100 ml avec l'eau déminéralisée.

DOSAGE DU CALCIUM, POTASSIUM ET MAGNÉSIUM (suite à minéralisation en milieu acide)

Procédure: (suite)

- 3) Procéder aux déterminations directement sur la solution obtenue (ou standard) à l'aide du spectrophotomètre d'absorption atomique ou d'émission au plasma.

Calcul:

$$\text{Teneur (\%)} = \frac{\text{Conc.solution (ppm)} \times \text{volume (ml)} \times \text{facteur dilution}}{\text{poids de l'échantillon (g)} \times 10\,000}$$

Références:

- 1) Walsh, L.M. (ed) 1971. Instrumental method for analysis of soils and plant tissue. Soil Science Society of America Inc. Madison, Wisc. pp 29-32.
- 2) Ramirez-Munoz, J. 1968. Atomic absorption spectroscopy.

OLIGO-ÉLÉMENTS EXTRACTIBLES AU HCl 0,1N (Fe, Cu, Zn, Mn)

Appareils :

Spectrophotomètre d'absorption atomique ou spectrophotomètre d'émission au plasma.
Agitateur rotatif.

Réactifs :

- 1) Acide chlorhydrique (HCl) 0,1N. Diluer 86 ml d'acide chlorhydrique concentrée dans 10 litres d'eau déminéralisée.
- 2) Solution étalon de 1 000 ppm de fer, cuivre, zinc et manganèse.

Procédure :

- 1) Prélever 3 cm³ de sol (tamisé à 2 mm) dans un erlenmeyer de 125 ml.
- 2) Additionner 30 ml d'acide chlorhydrique 0,1N.
- 3) Agiter horizontalement (180 oscillations/min) pendant 30 minutes.
- 4) Filtrer la suspension sur papier Whatman No 40.
- 5) Préparer les solutions standards à partir du 1 000 ppm de fer, cuivre, zinc et manganèse aux concentrations désirées dans l'acide chlorhydrique 0,1N.
- 6) Analyser directement le filtrat et les standards par absorption atomique ou émission au plasma pour doser les divers oligo-éléments.

Calcul :

$$\begin{aligned} \text{Teneur (en ppm) de l'élément} &= \frac{\text{concentration lue} \times 30 \text{ ml}}{3 \text{ cm}^3} \\ &= \text{concentration lue} \times 10 \end{aligned}$$



OLIGO-ÉLÉMENTS EXTRACTIBLES AU DTPA-TEA (Fer, Cuivre, Zinc, Manganèse)

Appareils :

Spectrophotomètre d'absorption atomique ou spectrophotomètre d'émission au plasma
Agitateur rotatif

Réactifs :

- 1) Extractif (DTPA 0,005M, TEA 0,1M, CaCl₂ 0,01M)
Dissoudre 149,2 g de triéthanolamine (TEA), 19,67 g d'acide diéthylènetriamine pentaacétique (DTPA) et 14,7 g de CaCl₂ · 2H₂O dans environ 1 litre d'eau déminéralisée. Ajouter environ 8 litres d'eau déminéralisée. Ajuster le pH à 7,30 ± 0,05 avec de l'acide chlorhydrique concentré. Compléter le volume à 10 litres avec l'eau déminéralisée.
- 2) Solution étalon de 1 000 ppm de fer, cuivre, zinc et manganèse.

Procédure :

- 1) Prélever 10 cm³ de sol sec (tamisé à 2 mm) dans un erlenmeyer de 125 ml.
- 2) Additionner 20 ml de la solution extractive DTPA-ETA et agiter pendant deux heures.
- 3) Filtrer sur papier Whatman No 42 (ou équivalent).
- 4) Préparer les solutions standards à partir du 1 000 ppm de fer, cuivre, zinc, manganèse aux concentrations désirées dans la solution extractive DTPA-ETA.
- 5) Analyser directement le filtrat et les standards par absorption atomique ou émission au plasma pour doser les divers oligo-éléments.

OLIGO-ÉLÉMENTS EXTRACTIBLES AU DTPA-TEA

Calcul

$$\begin{aligned} \text{Teneur (en ppm)} &= \frac{\text{Concentration lue} \times 20 \text{ ml}}{\text{de l'élément} \quad 10 \text{ cm}^3} \\ &= \text{Concentration lue} \times 2 \end{aligned}$$

Références :

- 1) Khan A. et Soltanpour P.N. 1982. *Effect of wetting and drying on DTPA-Extractable Fe, Zn, Mn and Cu in soils*. Comm. Soil Scie & Plant Anal. 9(3) pp 193-202.
- 2) Lindsay W.L. et Norvell W.A. 1969. *Equilibrium relationship Zn^{+2} , Fe^{+3} , Ca^{+2} with EDTA and DTPA in soils*. Soil Sci.Soc. Amer. Proc. 33 (1) pp 62-68.
- 3) Lindsay W.L. and Norvell W. 1969. *Development of a DTPA micronutrient tests*. Agron. Abst. pp 84.
- 4) Soltanpour P.N., Khan A. et Lindsay W.L. 1976. *Factors DTPA-extractable Zn, Fe, Mn and Cu from soils*. Comm. Soil. Sci. Plant Anal. 7 (9) pp 797-821.
- 5) Audesse P. 1982. *Principes et technique d'analyse de sols*. Service de recherche en sols MAPAQ pp 60-63.

DÉTERMINATION DU pH À L'EAU

Appareil :

pH-mètre

Réactif :

Solution tampon pH 4,0 et pH 7,0

Procédure :

- 1) Calibrer le pH-mètre en l'ajustant à pH 7,0 avec la solution tampon à pH 7,0. Vérifier si l'instrument donne une lecture de 4,0 pour le tampon de pH 4,0; s'il est impossible d'avoir une lecture correcte du pH des deux tampons, un problème d'électrode ou de pH-mètre est fortement probable.
- 2) Mesurer 10 cm³ de sol (tamisé à 2mm) avec une cuillère calibrée. (**N.B.** Les sols organiques doivent être à l'humidité au champ).
- 3) Ajouter 10 ml d'eau déminéralisée.
- 4) Laisser reposer 30 minutes en prenant soin d'agiter 5 à 6 fois au cours de cette période.
- 5) Agiter et plonger l'électrode dans le mélange sol:eau et prendre la lecture après stabilisation du pH-mètre.
Conserver, s'il y a lieu, pour l'analyse du pH-tampon.

Référence :

- 1) Black C.A. 1965. *Methods of soil analysis*. Part 2. Agronomy 9, Amer.Soc.Agron. Madison, Wisc. pp 917-918

A,
..



DÉTERMINATION DU BESOIN EN CHAUX PAR LA MÉTHODE SMP

Appareil :

pH-mètre

Réactifs :

1) Solution tampon SMP

1.1 Dissoudre dans un volume d'environ 9 litres du

– paranitrophénol

32,4g

– chromate de potassium (K_2CrO_4)

54,0g

– chlorure de calcium dihydraté ($CaCl_2 \cdot 2H_2O$)

955,8g

et bien agiter

1.2 Dissoudre 36,0 g d'acétate de calcium dans un volume d'eau de 5 litres.

1.3 Mélanger les solutions 1.1 et 1.2.

1.4 Ajouter 45 ml de triéthanolamine, agiter et laisser reposer pour 8 heures.

1.5 Compléter le volume à 18 litres avec de l'eau déminéralisée.

1.6 Ajuster le pH à 7,5 avec du NaOH 15% ou HCl 3N, puis filtrer si nécessaire.

1.7 Vérifier le pouvoir tampon SMP en titrant 20 ml du tampon avec HCl 0,1N. Le pouvoir devra être 0,280 + 0,005 meq au pH désiré.

Procédure :

- 1) Pour les mélanges sol-eau dont le pH-eau (voir méthode « PH01 ») est inférieur à 6,3 pour les sols minéraux ou inférieur à 5,2 pour les sols organiques ajouter 20 ml de tampon SMP et bien mélanger avec une tige de verre.
- 2) Agiter et laisser reposer pendant 15 minutes
- 3) Mesurer le pH du mélange sol-eau
- 4) Consulter le tableau 1 ci-joint pour les recommandations du besoin en chaux.

DÉTERMINATION DU BESOIN EN CHAUX PAR LA MÉTHODE SMP

Tableau 1

Relations entre le pH du mélange sol-tampon SMP et les besoins en chaux pour atteindre un pH (H₂O) du sol de 5,5, 6,0 et 6,5 des sols minéraux et 5,4 des sols organiques (>20% MO) ainsi que l'acidité neutralisable par le CaCO₃ jusqu'à un pH de 6,5 des sols minéraux.

Sols minéraux				Sols organiques			
pH sol-tampon	Besoin en chaux†			Acidité neutralisable (meq/100 g sol)	pH sol-tampon	Besoin en chaux††	
	5,5	6,0	6,5			5,4	
6,7	1,1	2,0	2,2	2,0	6,1	0,0	
6,6	1,3	2,5	3,1	2,8	6,0	0,0	
6,5	1,5	3,0	4,0	3,6	5,9	1,1	
6,4	1,9	3,5	4,9	4,4	5,8	2,2	
6,3	2,3	4,2	5,8	5,3	5,7	3,4	
6,2	2,8	4,8	6,9	6,3	5,6	4,6	
6,1	3,4	5,6	7,8	7,1	5,5	5,7	
6,0	4,1	6,4	9,0	8,2	5,4	6,9	
5,9	4,9	7,3	10,0	9,1	5,3	8,0	
5,8	5,8	8,2	11,0	10,0	5,2	9,2	
5,7	6,8	9,3	12,2	11,2	5,1	10,3	
5,6	7,8	10,4	13,4	12,2	5,0	11,5	
5,5	9,0	11,5	14,5	13,2	4,9	12,7	
5,4	10,2	12,8	15,7	14,3	4,8	13,8	
5,3	11,6	14,0	16,8	15,3	4,7	15,0	
5,2	13,0	15,4	17,9	16,3	4,6	16,1	
5,1	14,5	16,9	19,0	17,3	4,5	17,3	
5,0	16,1	18,4	20,4	18,5	4,4	18,4	
4,9	17,8	20,0	21,7	19,7	4,3	19,6	
4,8	19,6	21,6	23,0	20,9	4,2	20,7	
					4,1	21,9	
					4,0	23,0	
					3,9	24,2	

† En tonnes/ha de CaCO₃ (PN = 100%) et une couche arable de 17 cm de profondeur. Pour obtenir les quantités en tonnes/acre diviser ces valeurs par 2,24.

†† En tonnes/ha de CaCO₃ (PN = 100%) et une couche arable de 20 cm de profondeur = 20 × 10⁶ litres/ha

Référence :

- 1) Shoemaker H.E., McLean E.O., Pratt P.F. 1961. *Buffer methods for determining lime requirements of soil with appreciable amounts of extractable aluminium*. Soil Sci.Soc.Amer. Proc.25: 274-277.
- 2) Van Lierop W. et Tran T.S. 1983. *Détermination du besoin en chaux des sols minéraux et organiques par la méthode SMP*. Science et technique Agdex 534,MAPAQ:

PHOSPHORE ASSIMILABLE (BRAY-P2)

Appareils :

Spectrophotomètre dans le visible ou auto-analyseur Technicon ou spectrophotomètre d'émission au plasma

Réactifs :

- 1) **Extractif** (NH_4F 0,03N et HCl 0,1N)
 - 1.1 Dissoudre 13,3 g NH_4F dans 1 litre d'eau déminéralisée.
 - 1.2 Ajouter 100 ml d'acide chlorhydrique concentré (37 %).
 - 1.3 Compléter à 12 litres avec de l'eau déminéralisée.
 - 1.4 Conserver dans un contenant en polyéthylène pour une période maximale d'un an.
- 2) **Réactif A** (à éliminer pour le dosage par émission au plasma)
 - 2.1 Dissoudre 100 g de molybdate d'ammonium ($(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) dans 850 ml d'eau déminéralisée. Filtrer et laisser refroidir.
 - 2.2 Mélanger ensemble 1 700 ml d'acide chlorhydrique concentré avec 160 ml d'eau déminéralisée. Laisser refroidir.
 - 2.3 Ajouter lentement la solution 2.1 à la solution 2.2 en agitant continuellement.
 - 2.4 Additionner au mélange environ 100 g d'acide borique (H_3BO_3) afin de la saturer. Cette solution se conservera de 3 à 4 ans dans une bouteille brune.
- 3) **Réactif B** (à éliminer pour le dosage par émission au plasma)
 - 3.1 Dissoudre 1 g d'acide 1-amino 2-naphtol 4-sulfonique, 2 g de sulfite de sodium anhydre (Na_2SO_3) et 58.5 g de bisulfite de sodium ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$) dans 385 ml d'eau déminéralisée et laisser reposer pour une nuit.

PHOSPHORE ASSIMILABLE (BRAY-P2)

Réactifs : (suite)

3) **Réactif B** (suite)

3.2 Après le long repos, il peut y avoir cristallisation mais sans interférence sur l'action du réactif. La solution doit être préparée toutes les 3 semaines et conserver dans une bouteille brune.

Charbon activé Darco G-60 exempt de phosphate.

Pour éliminer les phosphates, amener à ébullition pendant 10 minutes un volume de 500 ml d'acide chlorhydrique concentré contenant 50 g de charbon activé. Filtrer sous vide et laver abondamment à l'eau déminéralisée (500 à 600 ml). Sécher à l'étuve à 85°C.

Préparer des standards de phosphore aux concentrations désirées dans la solution extractive à partir du KH_2PO_4 préalablement séché à l'étuve.

Procédure :

- 1) Prélever une cuillère (3,0 cm³) de sol séché (tamisé à 2 mm) dans un erlenmeyer de 125 ml.
- 2) Ajouter 30 ml de solution extractive et, s'il y a lieu, un peu de charbon activé.
- 3) Agiter durant 60 secondes et filtrer immédiatement sur Whatman No 42 (ou équivalent).
- 4) Analyser directement le filtrat (ou standard) par émission au plasma pour obtenir le phosphore
ou
- 5) Pipetter 2,0 ml du filtrat (ou du standard) dans un tube à colorimètre.
- 6) Ajouter 2,0 ml d'eau déminéralisée, 0,25 ml de réactif A et 0,25 ml de réactif B dans le tube et agiter immédiatement.

PHOSPHORE ASSIMILABLE (BRAY-P2)

Procédure: (suite)

- 7) Laisser reposer 20 minutes et faire la lecture au spectrophotomètre à 620-660 nm.
- 8) L'analyse peut être effectuée automatiquement sur un analyseur Technicon tel que montré à la figure 1 ci-après.
- 9) Si la concentration est trop élevée, diluer le filtrat initial et répéter les étapes 5 à 7 en tenant compte de la dilution dans le calcul final.

Autre alternative (remplace étapes 5 et 6)

- 10) Avant l'analyse, on peut mélanger les réactifs A et B de la façon suivante soit 25 ml du mélange A, 25 ml du mélange B avec 300 ml d'eau déminéralisée. S'il y a précipitation, il faut filtrer avant usage.
- 11) Pipetter 1,0 ml du filtrat (ou solution de calibration) dans un tube à colorimètre.
- 12) Ajouter 3,5 ml du mélange A et B et continuer à l'étape 7.

Calculs:

$$\text{Teneur (kg/ha)} = \frac{\text{ppm P} \times 30 \text{ ml} \times 2,24 \times \text{facteur dilution}}{3,0\text{cm}^3}$$

d'où

$$\text{Teneur (kg/ha)} = \text{ppm P} \times 22,4 \times \text{facteur dilution}$$

Références:

- 1) Bray R.L. et Kurtz L.T. 1945. *Determination of total organic and available forms of phosphorus in soils*. Soil Sci: 59:39-45.
- 2) Black C.A. 1965. *Methods of soils analysis Part 2*. Agronomy 9, Amer.Soc. Agron.Madison, Wisconsin pp 1040-1041.

PHOSPHORE ASSIMILABLE (BRAY-P2)

Références : (suite)

- 5) Lavety J.C. 1963. *The Illinois method for determining available phosphorus in soils*. University of Illinois. Urbana Illinois.
- 6) Amyot L.P. et Bernier B. 1962. *Méthodes d'analyse chimique usuelle des sols et des tissus végétaux*. Les Presses de l'Université Laval, pp 57-58.
- 7) Audesse P. 1982. *Principes et techniques d'analyse de sols*. Service de recherche en sol. MAPAQ pp 43-48.

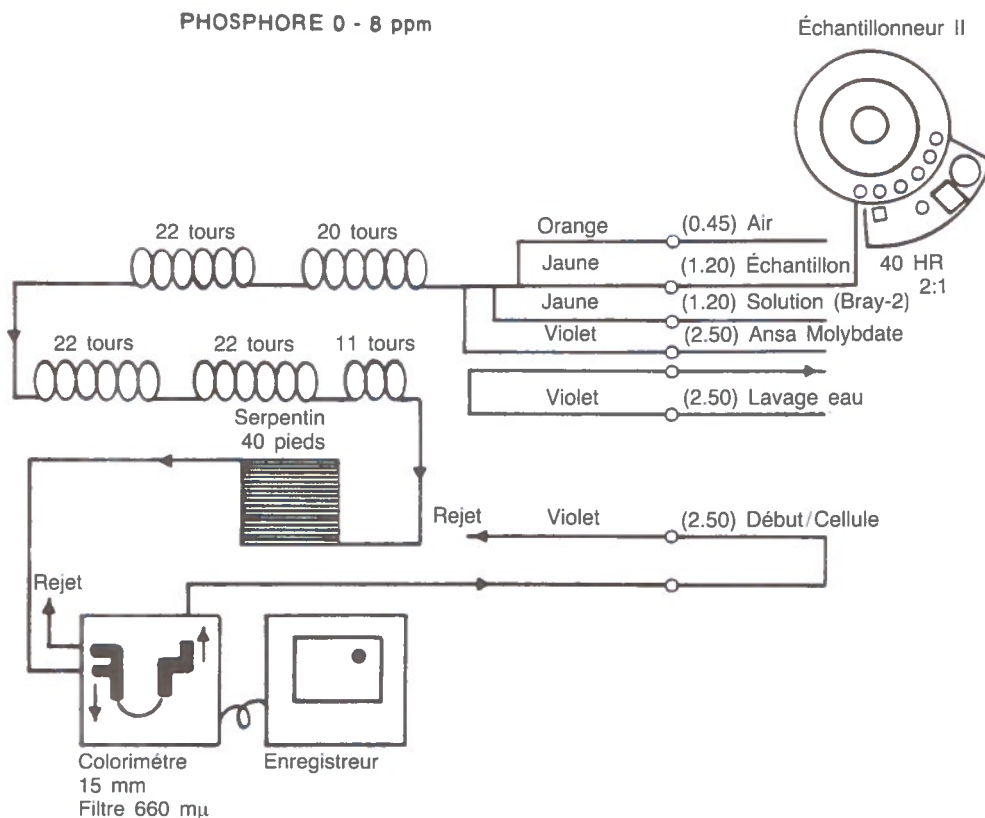


FIGURE 1. Détermination du phosphore dans les sols (BRAY-2)

PHOSPHORE ASSIMILABLE (BRAY-P1)

Appareil :

Spectrophomètre dans le visible ou auto-analyseur Technicon ou spectrophomètre d'émission au plasma

Réactifs :

- 1) **Extractif** (NH_4F 0,03N et HCl 0,025N)

Dissoudre 11,1 g de fluorure d'ammonium et 20,4 ml d'acide chlorhydrique concentré dans de l'eau déminéralisée. Compléter le volume à 10 litres avec l'eau.

N.B. Les solutions qui suivent ne sont pas nécessaire si l'analyse est effectuée à l'émission au plasma.

- 2) **Ethanol 95 %**

- 3) **Charbon activé Darco G-60** exempt de phosphate

Pour éliminer les phosphates amener à ébullition pendant 10 minutes un volume de 500 ml d'acide chlorhydrique concentré contenant 50 g de charbon activé. Filtrer sous vide et laver abondamment à l'eau déminéralisée (500 à 600 ml). Sècher à l'étuve à 35°C.

- 4) **Acide borique 0.8M**

Dissoudre 50 g d'acide borique dans 1 litre d'eau déminéralisée.

- 5) **Solution mère de chlorure stanneux**

Dissoudre 10 g de $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ dans 25 ml d'acide chlorhydrique concentré et garder dans une bouteille brune bien fermée.

- 6) **Réactif A**

6.1 Chlorure stanneux dilué

Additionner 1 ml de solution-mère de chlorure stanneux à 330 ml d'eau déminéralisée bouillie et refroidie.

ou

6.2 Acide ascorbique

Dissoudre 100 g d'acide ascorbique dans 1 litre d'eau déminéralisée.

PHOSPHORE ASSIMILABLE (BRAY-P1)

Réactifs : (suite)

7) Réactif B

- 7.1 Dissoudre 15,0 g de molybdate d'ammonium ($(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) dans 300 ml d'eau déminéralisée.
- 7.2 Ajouter lentement 292 ml d'acide chlorhydrique concentré en brassant rapidement. Laisser refroidir.
- 7.3 Diluer à 1 litre avec l'eau déminéralisée.

8) Standards de phosphore

Dissoudre 0,4394 g de KH_2PO_4 (séché à 105°C) dans 1 litre d'eau déminéralisée. À partir de la solution 100 ppm préparer des standards aux concentrations désirées dans la solution extractive.

Procédure :

- 1) Prélever une cuillère (3,0cm³) de sol séché (tamisé à 2 mm) dans un erlenmeyer de 125 ml.
- 2) Ajouter 0,5 g de charbon activé.
- 3) Ajouter 30 ml de solution extractive.
- 4) Agiter durant 1 minute et filtrer immédiatement sur Whatman No 42 (ou l'équivalent).
- 5) Analyser directement le filtrat (ou standard) par émission au plasma pour le dosage du phosphore.
ou
- 6) Pipetter 2,0 ml du filtrat (ou standard) dans un tube à colorimètre.
- 7) Ajouter 5,0 ml de H_3BO_3 0.8M.
- 8) Ajouter 2,0 ml du réactif B et bien mélanger.
- 9) Ajouter 1,0 ml du réactif A (chlorure stanneux ou acide ascorbique) et bien mélanger.

PHOSPHORE ASSIMILABLE (BRAY-P1)

Procédure: (suite)

- 10) Lire au spectrophotomètre à 660 nm.
- 11) L'analyse peut être effectuée automatiquement sur un analyseur Technicon.

Calculs:

$$\text{Teneur (kg/ha)} = \frac{\text{ppm P} \times 30 \text{ ml} \times 2,24 \times \text{facteur dilution}}{3,0 \text{ cm}^3}$$

d'où

$$\text{Teneur (kg/ha)} = \text{ppm P} \times 22,4 \times \text{facteur dilution.}$$

Références:

- 1) Bray R.H. et Kurtz L.T. 1945. *Determination of total organic and available forms of phosphorus in soils*. Soil Sci. 59: 39-45.
- 2) Lavety J.C. 1963. *The Illinois methods for determining available phosphorus in soils*. University of Illinois College of Agriculture. Urbana, Illinois.
- 3) Amyot L.P. et Bernier B 1962. *Méthode d'analyse chimique usuelle des sols et des tissus végétaux*. Les Presses de l'Université Laval pp 57-58.

11



PHOSPHORE ASSIMILABLE (BRAY-P1) (complexe stabilisé pour 12 heures)

Appareil :

Spectrophotomètre dans le visible

Réactifs :

- 1) Extractif (NH_4F 0,03N et HCl 0,025M)
Dissoudre 11,1 g de fluorure d'ammonium et 20,4 ml d'acide chlorhydrique concentré dans de l'eau déminéralisée.
Compléter le volume à 10 litres avec l'eau.
- 2) Molybdate d'ammonium
 - 2.1 Dissoudre 40 g de molybdate d'ammonium ($(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}\cdot 4\text{H}_2\text{O}$) dans 500 ml d'eau déminéralisée.
 - 2.2 Ajouter 0,972 g d'antimoine de potassium tartrate ($\text{K}(\text{SbO})\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6\cdot 1/2\text{H}_2\text{O}$) à la solution.
 - 2.3 Ajouter lentement 492 ml d'acide sulfurique concentré et bien mélanger.
 - 2.4 Laisser refroidir et compléter le volume à 2 litres avec l'eau. Conserver dans une bouteille brune à la noirceur et réfrigérer.
- 3) Réactif A
Diluer 60 ml de la solution de molybdate d'ammonium dans 800 ml d'eau déminéralisée et y dissoudre 1,056 g d'acide l-ascorbique. Compléter au volume de 1 litre avec de l'eau.
N.B. Cette solution doit être préparée et utilisée dans la même journée.
- 4) Standard de phosphore 100 ppm
Dissoudre 0,4394 g de KH_2PO_4 dans 1 litre d'eau déminéralisée. À partir de la solution 100 ppm, préparer des standards aux concentrations désirées (0,2 à 100 ppm) dans la solution extractive.

Procédure :

- 1) Prélever une cuillère ($3,0 \text{ cm}^3$) de sol séché (tamisé à 2 mm) dans un erlenmeyer de 125 ml.
- 2) Ajouter 30 ml de solution extractive.

PHOSPHORE ASSIMILABLE (BRAY P-1) (complexe stabilisé pour 12 heures)

Procédure: (suite)

- 3) Agiter durant 1 minute et filtrer immédiatement sur Whatman No 42 (ou l'équivalent).
- 4) Pipetter 1,0 ml du filtrat (ou standard) dans un tube à colorimètre.
- 5) Ajouter 8 ml du réactif A et bien mélanger.
- 6) Laisser reposer 10 minutes et lire au spectrophotomètre à 882 nm (**N.B.** La coloration est stable pour 12 heures)

Calculs:

$$\text{Teneur (kg/ha)} = \frac{\text{P (ppm)} \times 30 \text{ ml} \times 2,24 \times \text{facteur dilution}}{3,0 \text{ cm}^3}$$

$$\text{Teneur (kg/ha)} = \text{P (ppm)} \times 22,4 \times \text{facteur dilution}$$

Références:

Southern Cooperative. *Reference soil test methods for the southern region of the United States*, Southern Cooperative Series, Bulletin 289.

PHOSPHORE DANS LES FUMIERS

(suite à une minéralisation en milieu nitrique/perchlorique)

Appareil :

Spectrophotomètre dans le visible *ou* spectrophotomètre d'émission au plasma

Réactifs :

- 1) Solution étalon de phosphore aux concentrations désirées préparée à partir de KH_2PO_4 préalablement séché à l'étuve.
- 2) Mélange molybdate/vanadate d'ammonium
 - 2.1 Dissoudre 40 g de molybdate d'ammonium $((\text{NH}_4)_6 \text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O})$ dans 40 ml d'eau chaude et refroidir.
 - 2.2 Dissoudre 2 g de vanadate d'ammonium NH_4VO_3 dans 250 ml d'eau chaude, ajouter 250 ml d'acide perchlorique concentré (70 %) et refroidir.
 - 2.3 Mélanger les solutions 2.1 et 2.2 et compléter à 2 litres avec de l'eau déminéralisée.

Procédure:

Suite à la digestion en milieu nitrique/perchlorique (MI-2)

- 1) Analyser directement la solution (et standard) par émission au plasma.
ou
- 2) Pipetter 10 ml d'échantillon (ou standard), ajouter 20 ml du mélange molybdate/vanadate d'ammonium et compléter à 100 ml avec de l'eau déminéralisée.
- 3) Laisser reposer 10 minutes et mesurer l'absorbance à 400 nm.

PHOSPHORE DANS LES FUMIERS

(suite à une minéralisation en milieu nitrique/perchlorique)

Calcul:

$$\text{Teneur phosphore (\%)} = \frac{\text{conc.solution(ppm)} \times \text{volume(ml)} \times \text{facteur dilution}}{\text{poids échantillon (g)} \times 10\,000}$$

Référence:

- 1) Walsh, L.M.(ed) 1971. Instrumental methods for analysis of soils and plant tissue. Soil Science Society of America Inc. Madison, Wisc. pp 29-32.

PRÉPARATION DES ÉCHANTILLONS DE SOL

Appareils :

Broyeur ou mortier
Étuve (facultatif)
Tamis 10 mesh (2,0mm)
Tamis 100 mesh (0,11mm)
Cuillère calibrée de 3cm³ ou 10cm³

Procédure :

- 1) À la réception, briser les grosses mottes de terre et sécher à l'air ambiant (ou à l'étuve à 37°C) dans une pièce libre de poussières (contamination).
- 2) Après séchage, enlever les roches et débris végétaux, réduire les agrégats à l'aide du broyeur (ou mortier).
- 3) Tamiser les échantillons à 2 mm (10 mesh) pour l'analyse de tous les éléments, excepté pour les analyses de matière organiques (méthode Walkley-Black) et d'azote total (micro-Kjeldahl) où il faut tamiser à 0.11 mm (100 mesh).
- 4) Par la suite, pour les analyses, utiliser la cuillère calibrée de 3 cm³ en raclant au ras du bord pour éliminer le surplus de sol. L'analyse du pH nécessite une cuillère calibrée de 10 cm³.
- 5) *Mise en garde.* Tous les instruments utilisés (broyeur, tamis, cuillère etc) doivent être en acier inoxydable nylon ou teflon afin d'éviter toute contamination lors de l'analyse d'éléments en faible quantité tels les oligo-éléments.

PRÉPARATION DES ÉCHANTILLONS DE SOL

Calculs :

Données de base au calcul des kg/ha considérant que:

superficie d'un hectare = $100 \text{ m} \times 100 \text{ m} = 10\,000 \text{ m}^2$ ou 10^8 cm^2

Pour une profondeur au champ de 16,9 cm, nous aurons:
volume d'un hectare = $16,9 \text{ cm} \times 10^8 \text{ cm}^2 = 169 \times 10^7 \text{ cm}^3$ ou $1\,690 \text{ m}^3$

Considérant une densité apparente du sol de $1,324 \text{ g/cm}^3$

Alors

$$\text{Poids d'un hectare} = 1\,690\,000\,000 \text{ cm}^3 \times \frac{1,324 \text{ g}}{\text{cm}^3} = 2\,237\,560\,000 \text{ g}$$
$$\text{ou} = 2\,237\,560 \text{ kg}$$

Teneur d'un élément (kg/ha) = Concentration de l'élément (ug/g) dans le sol (ug/g)

$$= \text{Concentration ug/g} \times 2\,237\,560 \text{ kg/ha} \times \frac{10^{-6} \text{ ppm}}{\text{ug/g}}$$

Teneur (kg/ha) = $2,24 \times \text{Concentration (ppm)}$

Références :

- 1) Amyot L.P. et Bernier B. 1962. *Méthode d'analyse chimique usuelle des sols et tissus végétaux*. Presse de l'Université Laval, pp 55-58.

PRÉPARATION DES ÉCHANTILLONS DE FUMIER

Appareil :

Polytron

Réactif :

- 1) Acide sulfurique concentré.(H₂SO₄)

Procédure :

- 1) Homogénéiser l'échantillon contenant moins de 8 % de matière sèche à l'aide d'un polytron (ou équivalent). Pour les fumiers contenant plus de 8 % de matière sèche, ajouter de l'eau distillée pour l'amener à environ 4-6 % de matière sèche.
- 2) Sous-échantillonner, si nécessaire, après l'homogénéisation.
- 3) Doser l'azote ammoniacal et le pH le plus rapidement possible, sinon réfrigérer ou congeler l'échantillon.
- 4) Pour éviter le développement microbien, ajouter 1 ml d'acide sulfurique concentré à 500 ml de lisier. Toutefois, l'analyse de pH ne peut être effectuée par la suite.

Référence :

- 1) Dionne, J.L. et Gagné R. 1981. Méthodes d'analyse chimique de fumiers. Non-publié.

11



SOUFRE TOTAL

(applicable aux fumiers après digestion en milieu nitrique/perchlorique):

Appareil :

Spectrophotomètre avec lecture dans le visible.

Réactifs:

- 1) **Chlorure de barium « tweené » 10 %**
Dissoudre 10 g de BaCl_2 dans 100 ml d'eau déminéralisée et ajouter peu à peu 15 ml de Tween 80.
- 2) **Solution étalon de sulfate 100 ppm**
Dissoudre 0,5434 g de sulfate de potassium (K_2SO_4) dans 1 litre d'eau déminéralisée.
- 3) **Solutions standards de sulfate.** Préparer des solutions standards de sulfate à partir du 100 ppm pour obtenir des concentrations de 0 à 20 ppm de sulfates.
Ajouter à chaque standard, 5ml d'acide chlorhydrique concentré par 100 ml de solution.

Procédure :

- 1) Effectuer la minéralisation à l'acide nitrique/perchlorique (voir méthode MI-2).
- 2) Pipetter 10 ml de l'échantillon (ou du standard).
- 3) Ajouter 2 ml de chlorure de barium « tweené » et bien agiter.
- 4) Laisser reposer 30 minutes et mesurer l'absorbance à 410 nm.

SOUFRE TOTAL

(applicable aux fumiers après digestion en milieu
nitrique/perchlorique):

Calcul:

$$\text{Teneur en SO}_4(\text{ppm}) = \frac{\text{Conc. extrait}(\text{ppm}) \times \text{volume}(\text{ml}) \times \text{facteur dilution}}{\text{poids de l'échantillon (g)}}$$

Références:

- 1) Routchenko, W. 1967. Appréciation des conditions de la nutrition minérale des plantes basée sur l'analyse des sucs extraits des tissus conducteurs. Ann. Agron.18:361-402.
- 2) Chapman, H.D. et Pratt P.F. 1961. Methods of analysis for soils, plants and waters. Division of agricultural Sciences. University of California. pp. 184-196.
- 3) Horwitz, W.H. (ed) 1980. Official methods of A.O.A.C. 13 éd. Assoc. of Official Anal. Chem. Washington, D.C. p.562: 33-120.

ANALYSE DE SOL DE SERRE-MÉTHODE « SSE » (applicable au sol de serre et substrat artificiel)

Introduction

L'évaluation chimique d'un sol de serre peut s'effectuer sur une base différente selon les facteurs considérés. Ainsi, les deux facteurs importants pour l'analyse du sol de serre sont:

- *Facteur capacité:*
i.e. la mesure des réserves en éléments chimiques sous forme de solution, cations échangeables, éléments fixés et complexe insoluble dans le sol.

Ainsi, les méthodes d'analyses traditionnelles des sols sont utilisées soient:

- phosphore extrait dans la solution BRAY-P1
- calcium, magnésium, sodium et potassium extraits dans l'acétate d'ammonium 1N
- ammoniacque/nitrate extrait dans KCl 2M
- fer, cuivre, zinc et manganèse extrait dans HCl 0,1 N
- bore soluble à l'eau chaude
- salinité par conductance (rapport sol/eau 1:2 ou 1:4)
- pH eau/pH tampon (rapport sol/eau 1:2 ou 1:4)
- matière organique par perte au feu ou pour la méthode Walkley-Black

- *Facteur intensité:*
i.e. les éléments solubles dans la solution du sol qui correspond à l'environnement ionique entourant les racines de la plante. L'analyse se fait après saturation du sol avec de l'eau déminéralisée soit à un contenu d'eau environ deux fois la capacité au champ. La méthode d'analyse exacte est celle présentée incidemment.

Appareils

Pompe à vacuum
Conductivimètre
Spectrophotomètre dans le visible
Spectrophotomètre d'absorption atomique ou d'émission au plasma
Analyseur d'azote

ANALYSE DE SOL DE SERRE-MÉTHODE « SSE » (applicable au sol de serre et substrat artificiel)

Réactifs :

- 1) Solution tampon pH 4,0 et 7,0
- 2) Étalon pour conductivimètre
Dissoudre 0,7456 g KCl dans 1 litre d'eau déminéralisée
(conductivité à 25°C = 1,4118 mmhos/cm)
- 3) Solution standard 1000 ppm pour les divers éléments à analyser.

Procédure :

- 1) Prélever 150 cm³ d'échantillon dans un bécher de 250 ml.
- 2) Additionner suffisamment d'eau déminéralisée pour le saturer et bien mélanger. Le point de saturation est obtenu si l'échantillon coule légèrement lorsque le bécher est incliné. Pour les sols argileux, on notera une réflexion de la lumière en surface de la pâte et pour les substrats artificiels, on notera un faible mouvement d'eau après retrait de la tige de brassage.
- 3) Laisser reposer au moins 1 heure et au maximum 4 heures. Si la pâte est trop consistante ajouter à nouveau de l'eau, brasser et laisser reposer 30 minutes.
- 4) Effectuer l'analyse du pH directement sur la pâte.
- 5) Filtrer sous vide et conserver le filtrat pour analyse. Mettre au réfrigérateur dans un contenant hermétique si l'analyse est effectuée ultérieurement.
- 6) Les analyses des divers éléments seront effectuées comme suit:
 - 6.1 *Salinité*
Transférer une partie du filtrat dans la cellule du conductivimètre et prendre la lecture de conductivité. Sels solubles (ppm) = conductivité (mmhos) × 700.
 - 6.2 *Minéraux* (P, Ca, Na, K, Mg, Fe, Cu, Zn, Mn, B)
Analyser directement le filtrat par émission du plasma ou utiliser les méthodes d'analyses pour l'eau potable.
 - 6.3 *Ammoniaque/Nitrate*
Pipetter 20 ml de filtrat et procéder par la même méthode que pour les sols et fumiers.
Azote ammoniacal = (Véch. — Vblanc) × 3,5
ou nitrate (ppm)

ANALYSE DE SOL DE SERRE-MÉTHODE « SSE »

(applicable au sol de serre et substrat artificiel)

Procédure : (suite)

6.4 *Sulfate*

Utiliser la méthode pour l'analyse de sulfates dans les sols.

6.5 *Pourcentage de saturation*

Prélever un sous-échantillon de pâte saturée et sécher à 105°C au four pour en évaluer le pourcentage d'eau présent.

Références

Warnckle D.D. 1975. *Greenhouse soil testing*
Michigan State University.

11



DÉTERMINATION DES SULFATES PAR TURBIDIMÉTRIE

Appareils :

Spectrophomètre dans le visible
Agitateur

Réactifs :

- 1) **Extractif-NH₄Cl 0,5N**. Dissoudre 26,75 g de NH₄Cl dans 500 ml d'eau déminéralisée. Ajouter 0,06 g de Ca(OH)₂ et compléter le volume à un litre.
ou
- 2) **Extractif-Acétate d'ammonium 1N**. Dissoudre 154,2 g d'acétate d'ammonium dans environ 1 litre d'eau déminéralisée. Ajuster le pH à 7,0 avec de l'acide acétique ou de l'hydroxyde d'ammonium. Compléter le volume à 2 litres.
- 3) **Réactif précipitatif**. Dissoudre 255 g d'acétate de barium Ba(C₂H₃O₂)₂ dans 500 ml d'eau déminéralisée. Ajouter 100 ml d'acide acétique glacial et compléter le volume à 1 litre.
- 4) **Solution étalon de sulfate 100 ppm**. Dissoudre 0,1479 g de sulfate anhydre de sodium (Na₂SO₄) dans un litre de la solution extractive choisie.
- 5) **Réactif amorce**. Dans une fiole volumétrique de 500 ml, ajouter 210 ml de l'étalon de sulfate 100 ppm et 2 ml de HCl concentré. Compléter le volume avec la solution extractive choisie.
- 6) **Solutions standards de sulfate**. Préparer des solutions standards de sulfate à partir du 100 ppm pour obtenir des concentrations de 3, 6, 15, 30, 45 et 60 ppm de sulfates. Toujours diluer dans l'extractif choisie.

DÉTERMINATION DES SULFATES PAR TUBIDIMÉTRIE

Procédure :

- 1) Prélever 5 cm³ de sol dans erlenmeyer de 125 ml.
- 2) Ajouter 20 ml d'extractif (NH₄Cl ou acétate d'ammonium).
- 3) Brasser 15 minutes et filtrer sur papier Whatman No 42.
- 4) Extraire un témoin de la même façon.
- 5) Pipetter 5 ml d'extrait (ou de standard) dans un tube colorimétrique.
- 6) Ajouter 1 ml du réactif précipitatif et 1 ml du réactif amorce.
- 7) Laisser reposer 10 minutes et mesurer l'absorbance à 520 nm en moins de 10 minutes après l'étape de repos.

Calcul :

$$\begin{aligned} \text{Teneur SO}_4 \text{ (ppm)} &= \frac{(\text{concentration extrait} - \text{concentration témoin}) \times 20 \text{ ml}}{5 \text{ cm}^3} \\ &= (\text{concentration extrait} - \text{concentration témoin}) \times 4 \end{aligned}$$

Références :

Mehlich A.A. et Bowling S.S. NCDA, Correspondance.
Issac R. 1984. Laboratory procedures. Un of Georgia.

**FICHE POUR RENOUVELLEMENT OU
MODIFICATIONS SUBSÉQUENTES**

NOM _____

ORGANISME _____

ADRESSE _____

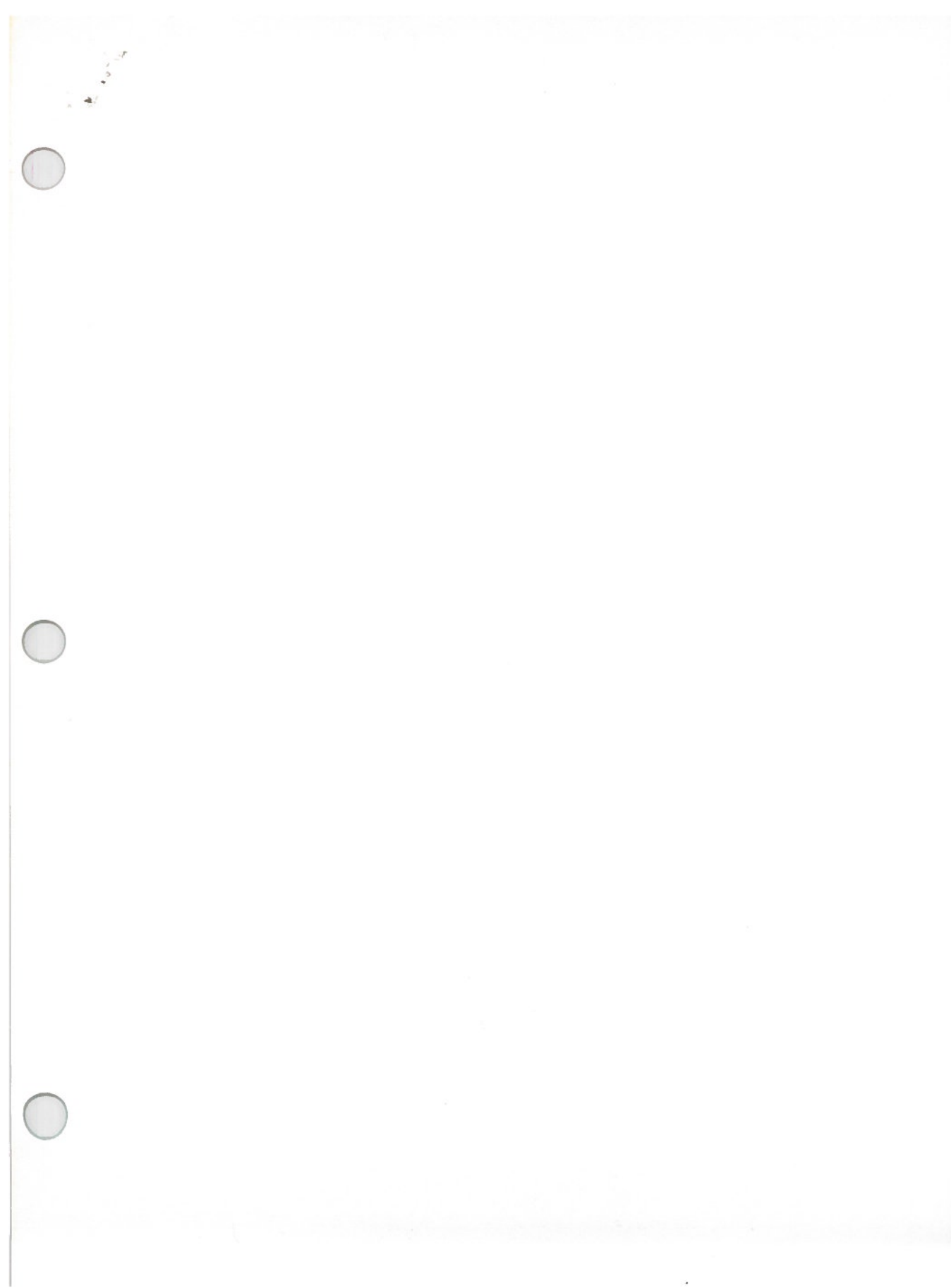
_____ CODE POSTAL _____

TÉLÉPHONE: () _____

NOMBRE DE COPIES DÉSIRÉES: _____

12





ON NOURRIT DE
GRANDS
projets



Gouvernement du Québec
Ministère de l'Agriculture
des Pêcheries et de l'Alimentation