CONSEIL
DES PRODUCTIONS
VÉGÉTALES
DU QUÉBEC

AGDEX 533

MISE À JOUR 1993

(pour la publication 88-0162)

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

Publication 93-0158

Pages à insérer, en suivant l'ordre alphabétique des méthodes (voir l'index):

- Azote total (ammonium, nitrates et nitrites) (automatisé): AZ-5;
- Analyse granulométrique des sols: GR-1.

Pages à remplacer:

- 2e page: Commission des Sols, section Méthodologie;
- 4e page: Index.

Pages à corriger:

- Voir à la suite de l'index, en 4e page, pour les corrections et ajouts à apporter à 3 méthodes (CO-1, ME-1 et SU-1).

Québec

Commission des sols, section méthodologie (révision de juillet 1993)

ANTOUN, Hani — Université Laval, Québec.

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

AUGER, Yvan — Ministère des Forêts, Sainte-Foy.

BARRETTE, Madeleine — Ministère de l'Agriculture, des Pêcheries et de l'Alimentation du Québec, Rimouski.

BLANCHETTE, Lucie — Tourbières Premier, Rivière-du-Loup.

CAILLIER, Michel — Université Laval, Québec.

CESCAS, Michel — Université Laval, Québec.

DEBLOIS, Carole — Ministère des Forêts, Sainte-Foy.

DESCHÊNES, Maurice — Agriculture Canada, Sainte-Foy.

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

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

JETTÉ, Céline — Compagnie Rona, Boucherville.

KARAM, Antoine — Université Laval, Québec.

LAMOUREUX, Pierre — Nutrite Inc. Brossard.

LEBLANC, Marcel — Agrico Canada, Chambly.

LÉVESQUE, Claude — Agriculture Canada, Sainte-Foy.

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

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

MASSIE, Claude — Chimitec Ltée, Sainte-Foy.

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

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

POULIN, Richard — Coopérative Fédérée de Québec, Longueuil.

RÉMY, Louise — Compagnie nationale de forage et sondage, Boucherville.

SIMARD, Régis — Agriculture Canada, Sainte-Foy.

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

TREMBLAY, Chantal — William Houde ltée, Saint-Thomas-d'Aquin.

TREMBLAY, Denis — Université Laval, Québec.

ZIZKA, Jean — Agriculture Canada, Sainte-Foy.

Édition de cette mise à jour

CROCHETIÈRE, France — Ministère de l'Agriculture, des Pêcheries et de l'Alimentation du Québec, Québec.

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

INDEX (Nouvel index suite à la mise à jour 1993)

Méthodes d'analyse des sols organique/minéral	Numéro
• Azote total	AZ-1
• Azote ammoniacal et nitrate	AZ-3
• Azote total (automatisé)[1]	AZ-5
• Bore (méthode carmine)	BO-1
• Bore (méthode azométhine)	BO-2
• Cations échangeables (acétate d'ammonium)	CA-1
• Conductance[2]	CO-1
• Analyse granulométrique des sols[1]	GR-1
• Matière organique (inférieur à 20%)	MA-1
• Matière organique (supérieur à 20%)	MA-2
• Mehlich III (extractif universel)[2]	ME-1
• Oligo-éléments (HCl 0,1 *N*)	OL-1
• Oligo-éléments (DTPA-ETA)	OL-2
• pH eau	PH-1
• pH tampon	PH-2
• Phosphore (Bray-P2)	PH-3
• Phosphore (Bray-P1)	PH-4
• Phosphore (Bray-P1 complexe stabilisé)	PH-5
• Préparation des échantillons de fumier	PR-1
• Sulfates[2]	SU-1

1. Ces deux méthodes ont été ajoutées lors de la mise à jour 1993.
2. Ces trois méthodes doivent être corrigées - voir à la fin de l'index.

Méthodes d'analyse des sols de serre	
• Extrait de sol saturé	SS-1

Méthodes d'analyse des fumiers	
• Azote total	AZ-1
• Azote ammoniacal	AZ-2
• Azote ammoniacal et nitrate	AZ-3
• Azote et phosphore	AZ-4
• Densité	DE-1
• Matière organique	MA-2
• Matière sèche (séchage)	MA-3
• Matière sèche (hydromètre)	MA-4
• Minéralisation sulfurique/sélénieux	MI-1
• Minéralisation perchlorique/nitrique	MI-2
• Minéraux	MI-3

• Phosphore	PH-6
• Préparation des échantillons de fumier	PR-2
• Soufre	SO-1

Méthodes d'analyse des tissus végétaux

• Analyse foliaire (digestion)	FO-1

CORRECTIONS À TROIS MÉTHODES FIGURANT DÉJÀ DANS LE CAHIER DE 1988 - Veuillez apporter les corrections suivantes (les caractères gras indiquent les corrections ou ajouts à apporter):

– **Méthode CO-1** (Page 1 de 1):

3) Additionner 20 mL d'eau déminéralisée et agiter **pendant 15 min pour le sol minéral et 30 min pour le sol organique.**

– **Méthode ME-1** (Page 8 de 10): **Attention! Pour cette méthode, des corrections différentes doivent être apportées selon le type de papier utilisé pour l'impression de 1988.**

Pour l'édition imprimée sur papier ordinaire (non glacé):

5) ***Oligo-éléments***

Enlever les équations pour Mn, B et Fe.

Pour l'édition imprimée sur papier spécial (glacé):

3) ***Calcium***
Ca-Mehlich (kg/ha) = 1,10 Ca-Acétate (**enlever + 107**)

– **Méthode SU-1** (Page 2 de 2):

7) Laisser reposer 10 minutes et mesurer l'absorbance à **420 nm** en moins de 10 minutes après l'étape de repos. (Il faut remplacer 520 par 420 nm)

ANALYSE GRANULOMÉTRIQUE DES SOLS
(méthode hydromètre)

Appareils:

- Tamis No 10 (2 mm), No 18 (1 000 μ), No 35 (500 μ), No 60 (250 μ) et No 200 (75 μ).
- Agitateur électrique (10 000 r/min, type «milk-shake») ou agitateur horizontal.
- Coupes à dispersion.
- Hydromètre ASTM type 152H, gradué en g/L.
- Cylindre de sédimentation (volume I L, hauteur 36 ± 2 cm du fond)

Réactifs:

1) Mélange de 50 g d'hexamétaphosphate de sodium et 5 g de carbonate de calcium par litre.
2) Anti-mousse «B» ou alcool amylique (ou éthylique).

Procédures:

1) Faire sécher au four les échantillons de sol (environ 125 g) à une température de 40 °C.
2) Broyer l'échantillon séché dans un mortier en porcelaine avec un pilon en porcelaine.
3) Tamiser 100 g d'échantillon sec sur un tamis No 10 (2 mm).
4) Dans des fioles coniques de 500 mL, peser 40 g de sol sec passant le tamis No 10 (2 mm).
5) Ajouter 100 mL du mélange d'hexamétaphosphate de sodium et de carbonate de calcium. Ajouter de l'eau distillée pour obtenir un volume de 300 mL.
6) Laisser reposer le mélange toute la nuit et le lendemain, mélanger pendant 5 min dans un agitateur électrique le mélange plus anti-mousse «B»

   ou

   agiter toute la nuit sur l'agitateur horizontal.
7) Vider le mélange dans un cylindre de 1 L et compléter avec de l'eau distillée à la température de la pièce à 1 cm de la ligne de 1 L.
8) Prendre la température de la solution. Reporter cette valeur sur la feuille de résultats (page 6) et indiquer la valeur F pour la correction de la température, à partir du tableau 1 en bas de la page 5.
9) Étalonner les hydromètres - préparer un cylindre-témoin dans lequel seront mélangés 100 mL du mélange d'hexamétaphosphate de sodium et de carbonate de calcium et 900 mL d'eau distillée à la température de la pièce. La lecture de ce témoin (R_L) servira à la correction de la lecture de l'hydromètre dans le calcul du % des particules en suspension (colonne 8, page 6).

ANALYSE GRANULOMÉTRIQUE DES SOLS
(méthode hydromètre)

Procédures: (suite)

10) Fermer le cylindre hermétiquement avec un bouchon de caoutchouc et agiter la suspension par un mouvement d'inversion durant 30 s en prenant soin de bien décoller le sol au fond du cylindre. Déposer l'échantillon sur la table, noter l'heure, rincer le bouchon et les parois du cylindre le plus rapidement possible. Ajouter quelques gouttes d'anti-mousse si nécessaire.

11) Plonger l'hydromètre en perturbant le moins possible la suspension, prendre une première lecture de l'hydromètre (R) à 30 s et une deuxième lecture à 1 min. On aura ensuite des lectures à 5 min, 30 min, 2 h et 24 h. Reporter les lectures sur la feuille de résultats (colonne 4, page 6).

12) Commencer à brasser le deuxième cylindre 1 min 30 s après avoir déposé le premier échantillon sur la table, puisque l'on doit agiter la suspension 30 s et qu'il doit y avoir 2 min d'intervalle entre chacun des échantillons. Continuer de la même façon jusqu'à ce que tous les échantillons soient faits. (On traite habituellement 14 échantillons à la fois).

13) Le lendemain après la dernière lecture du 24 h, procéder au tamisage du contenu des cylindres sur les tamis No 18, No 35, No 60 et No 200. Rincer avec un jet d'eau tant que l'eau ne sera pas claire.

14) Transférer le contenu de chaque tamis sur un filtre à café (type panier 11,4 cm x 6,4 cm) préalablement numéroté et taré, ensuite faire sécher à l'étuve. Peser la fraction de sable contenue dans le papier filtre et inscrire le résultat sur la même feuille ayant servi à noter les lectures à l'hydromètre (page 6).

Calculs:

1) Calcul granulométrique

Reporter les lectures de l'hydromètre (R) à la feuille de résultat (colonne 4, page 6) correspondant au temps de sédimentation t (colonne 2) et effectuer les calculs tel qu'indiqué à la feuille modèle (page 7). Il s'agit de calculer la constante C (= $\sqrt{t}$ (min) (colonne 3) et rapporter les valeurs θ du tableau 1 à la colonne 5. Les diamètres des particules en microns sont déterminés par le rapport θ/C (colonne 6) et corrigés en multipliant avec le facteur F (colonne 7). Les pourcentages en poids des particules en suspension sont calculés par le rapport $(R - R_L)$/poids réel du sol (g) et rapportés à la colonne 8.

ANALYSE GRANULOMÉTRIQUE DES SOLS
(méthode hydromètre)

Calculs: (suite)

2) Calculs des % de poids du sable retenu sur le tamis (> 75 μ)

Poids réel de sol =
Poids échantillon – humidité du sol (g) – matière organique (g)

$$\% \text{ retenue de sable} = \frac{\text{Poids du sable retenu des tamis (g)} \times 100\%}{\text{Poids réel sol (g)}}$$

Exemple: Le poids réel d'un échantillon était de 39 g.

Tamis	No 18	No 35	No 60	No 200
Poids de sable sur tamis (g)	1,5	0,7	0,5	7,4
% retenue de sable	3,84	1,79	1,28	18,97
% retenue cumulative de sable	3,84	5,63	6,91	25,88

3) Courbe granulométrique

Établir la courbe granulométrique (page 9) de l'échantillon de sol en mettant sur papier semi-logarithmique à l'abscisse les valeurs corrigées de diamètre des particules (colonne 7) et à l'ordonnée de gauche le % de poids des particules en suspension (colonne 8). L'ordonnée de droite représente le % cumulatif des retenues des fractions de sable sur les tamis. Le pourcentage de sable (> 50 μ) est déterminé par la suite sur cette courbe granulométrique par l'ordonnée de droite, celui de l'argile (< 2 μ) par l'ordonnée de gauche et le % de limon est calculé par la différence. La classification texturale du sol est fournie à la figure 2 (page 10).

L'échantillon cité en exemple aura donc un contenu de 60% de sable, 12% d'argile et 28% de limon. Sa classe texturale sera loam sableux (L-S).

ANALYSE GRANULOMÉTRIQUE DES SOLS

(méthode hydromètre)

Remarques

Destruction de la matière organique pour un sol ayant une teneur en matière organique > 5%

1) Peser 20 g d'échantillon sec passant le tamis No 10 (2 mm) dans un bécher de 600 mL.
2) Ajouter 5 mL d'acide acétique à 99,8%. Laisser reposer quelques minutes.
3) Ajouter 5 mL de peroxyde d'hydrogène à 30%. Laisser réagir quelques minutes.
4) Placer les béchers sous une hotte ventilée et faire chauffer sur une plaque chauffante (température moyenne-basse).
5) Ajouter 25 mL de peroxyde d'hydrogène et laisser réagir en prenant soin d'éviter tout débordement. On utilise quelques gouttes d'éthanol quand la solution réagit trop fortement. Ajouter ainsi à raison de 25 mL à la fois du peroxyde d'hydrogène jusqu'à ce qu'il n'y ait plus de réaction. Laisser reposer 1 h.
6) Transvider dans des fioles coniques de 500 mL et suivre les étapes décrites à la procédure.

Référence:

1) Gee, G.W. et J.W. Bauder. 1986. Particle-size analysis. Pages 383-411 dans A. Klute, réd. Methods of soil analysis. Part 1. ASA. Monograph No 9. 2nd édition. Madison, WI.

Tableau 1. Diamètre des particules (θ) en microns (μ) correspondant aux lectures à l'hydromètre (R) (à inscrire à la colonne 5 de la page 6)

R (g/L)	θ (μ)	R (g/L)	θ (μ)	R (g/L)	θ (μ)
-5	50,4	15	45,3	34	39,8
-4	50,1		45,2		39,7
-3	49,9	16	45,0	35	39,5
-2	49,6		44,9		39,4
-1	49,4	17	44,8	36	39,2
0	49,2		44,7		39,1
0,5	49,0	18	44,5	37	38,9
1	48,9		44,4		38,8
	48,8	19	44,2	38	38,6
2	48,7		44,1		38,4
	48,6	20	43,9	39	38,3
3	48,4		43,8		38,1
	48,3	21	43,7	40	38,0
4	48,2		43,6		37,9
	48,1	22	43,4	41	37,7
5	47,9		43,3	42	37,6
	47,8	23	43,1	43	37,1
6	47,7		43,0	44	36,8
	47,6	24	42,8	45	36,5
7	47,4		42,7	46	36,2
	47,3	25	42,5	47	35,9
8	47,2		42,4	48	35,6
	47,1	26	42,2	49	35,3
9	47,0		42,1	50	35,0
	46,9	27	41,9	51	34,7
10	46,7		41,8	52	34,3
	46,6	28	41,6	53	34,1
11	46,4		41,5	54	33,8
	46,3	29	41,3	55	33,5
12	46,2		41,2	56	33,2
	46,1	30	41,0	57	32,9
13	45,9		40,9	58	32,6
	45,8	31	40,7	59	32,3
14	45,6		40,5	60	32,0
	45,5	32	40,4		
15	45,3		40,2		
	45,2	33	40,1		
			40,0		

Correction pour la température (F)

68 °F – 20,0 °C : 1,12	77 °F – 25,0 °C : 1,04
69 °F – 20,6 °C : 1,11	78 °F – 25,6 °C : 1,03
70 °F – 21,1 °C : 1,10	79 °F – 26,1 °C : 1,02
72 °F – 22,2 °C : 1,09	80 °F – 26,7 °C : 1,01
73 °F – 22,8 °C : 1,08	81 °F – 27,2 °C : 1,00
74 °F – 23,3 °C : 1,07	82 °F – 27,8 °C : 0,99
75 °F – 23,9 °C : 1,06	83 °F – 28,3 °C : 0,98
76 °F – 24,4 °C : 1,05	

DATE _____

FEUILLE DE RÉSULTATS D'ANALYSES À L'HYDROMÈTRE

SOL _____ ÉCHANTILLON No. _____

CYLINDRE No. _____ HYDROMÈTRE No. _____ R_L (lecture du témoin) _____

1*	2*	3*	4*	5*	6*	7*	8*
Heure	Temps de sédimentation	Constante C	Lecture de l'hydromètre	Valeur θ (μ)	Diamètre des particules (μ)		% des particules en suspension
h. min.	t (min)	(√t min)	R (g/L)	Tableau 1	Non corrigé (θ / C)	Corrigé (θ / C) x F	$\frac{R - R_L}{\text{poids du sol (g)}}$
	0,5	0,707					
	1,0	1,000					
	2,0						
	3,0						
	5,0	2,236					
	10,0						
	30,0	5,477					
	60,0 (1h)						
	120,0 (2h)	10,954					
	180,0 (3h)						
	360,0 (6h)						
	1440 (24h)	38,00					

Température _____ F = _____

	Poids de sable retenu sur tamis(g)	% retenue cumulative
TAMIS No 18 (1000μ)	_____	_____
TAMIS No 35 (500μ)	_____	_____
TAMIS No 60 (250μ)	_____	_____
TAMIS No 200 (75μ)	_____	_____

* Ces chiffres correspondent aux numéros de colonne

Exemple

DATE _____

FEUILLE DE RÉSULTATS D'ANALYSES À L'HYDROMÈTRE

SOL Soulanges poids réel: 39,0 g **ÉCHANTILLON No.** 15

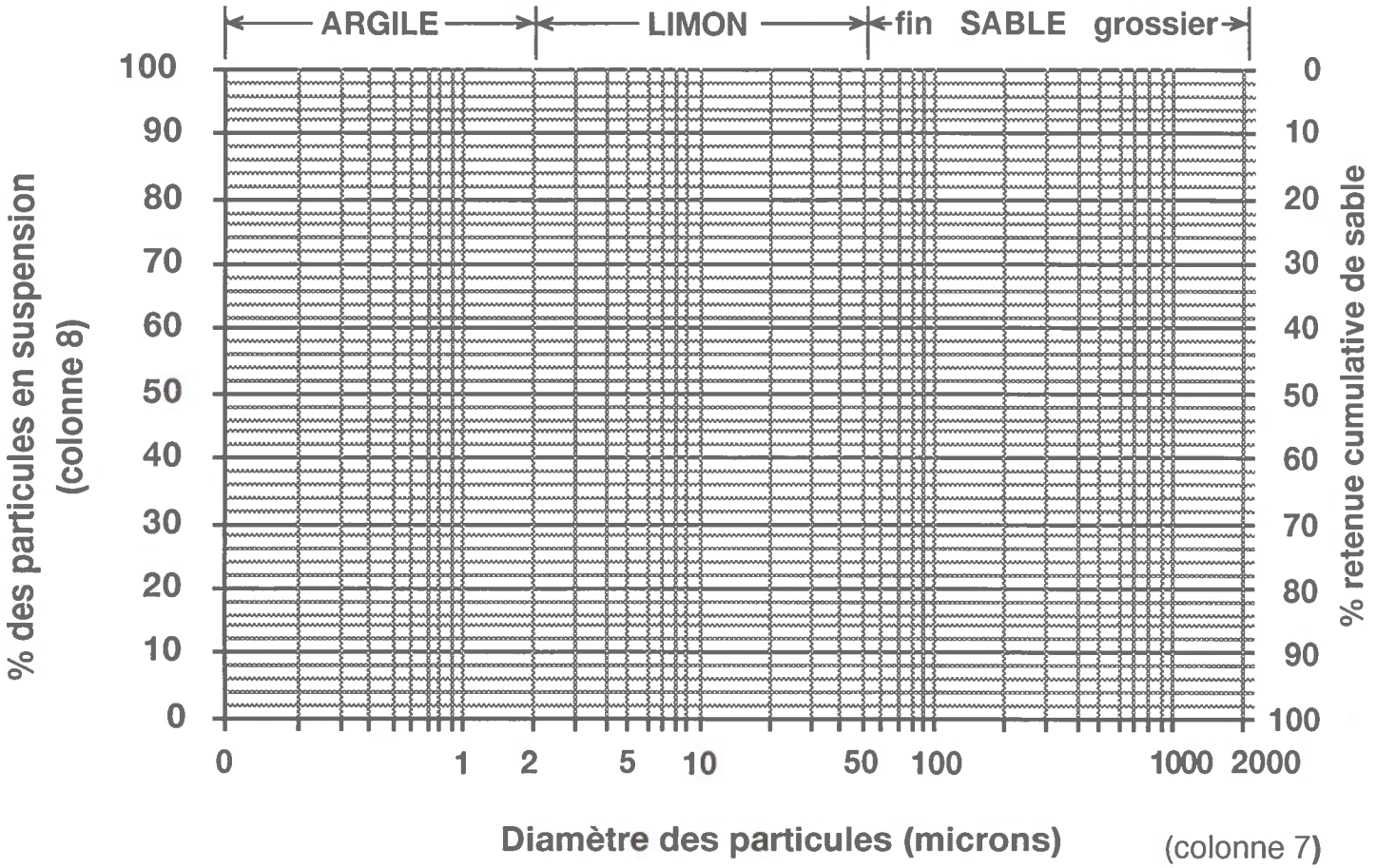
CYLINDRE No. 10 **HYDROMÈTRE No.** 10 **R_L (lecture du témoin)** 5,0 g / L

1*	2*	3*	4*	5*	6*	7*	8*
Heure	Temps de sédimentation	Constante C	Lecture de l'hydromètre	Valeur θ (μ)	Diamètre des particules (μ)		% des particules en suspension
h. min.	t (min)	(√t min)	R (g/L)	Tableau 1	Non corrigé (θ / C)	Corrigé (θ / C) x F	$\frac{R - R_L}{\text{poids du sol (g)}}$
9:04:30	0,5	0,707	25,0	42,5	60,1	64,9	51,2
9:05:00	1,0	1,000	19,5	44,1	44,1	47,6	37,2
	2,0						
	3,0						
9:09:00	5,0	2,236	15,0	45,3	20,3	21,9	25,6
	10,0						
9:34:00	30,0	5,477	13,5	45,8	8,4	9,1	21,8
	60,0 (1h)						
11:04:00	120,0 (2h)	10,954	12,0	46,2	4,2	4,5	17,9
	180,0 (3h)						
	360,0 (6h)						
9:04:00	1440 (24h)	38,00	9,0	47,0	1,2	1,3	10,2

Température 22,8°C F = 1,08

	Poids de sable retenu sur tamis(g)	% retenue cumulative
TAMIS No 18 (1000μ)	1,5 (3,84 %)	3.84
TAMIS No 35 (500μ)	0,7 (1,79 %)	5,63
TAMIS No 60 (250μ)	0,5 (1,28 %)	6,91
TAMIS No 200 (75μ)	7,4 (18,97 %)	25,88

* Ces chiffres correspondent aux numéros de colonne



Sable (> 50μ) :
Argile (< 2μ) :
Limon (2 à 50 μ) :

Fig 1A. Courbe granulométrique

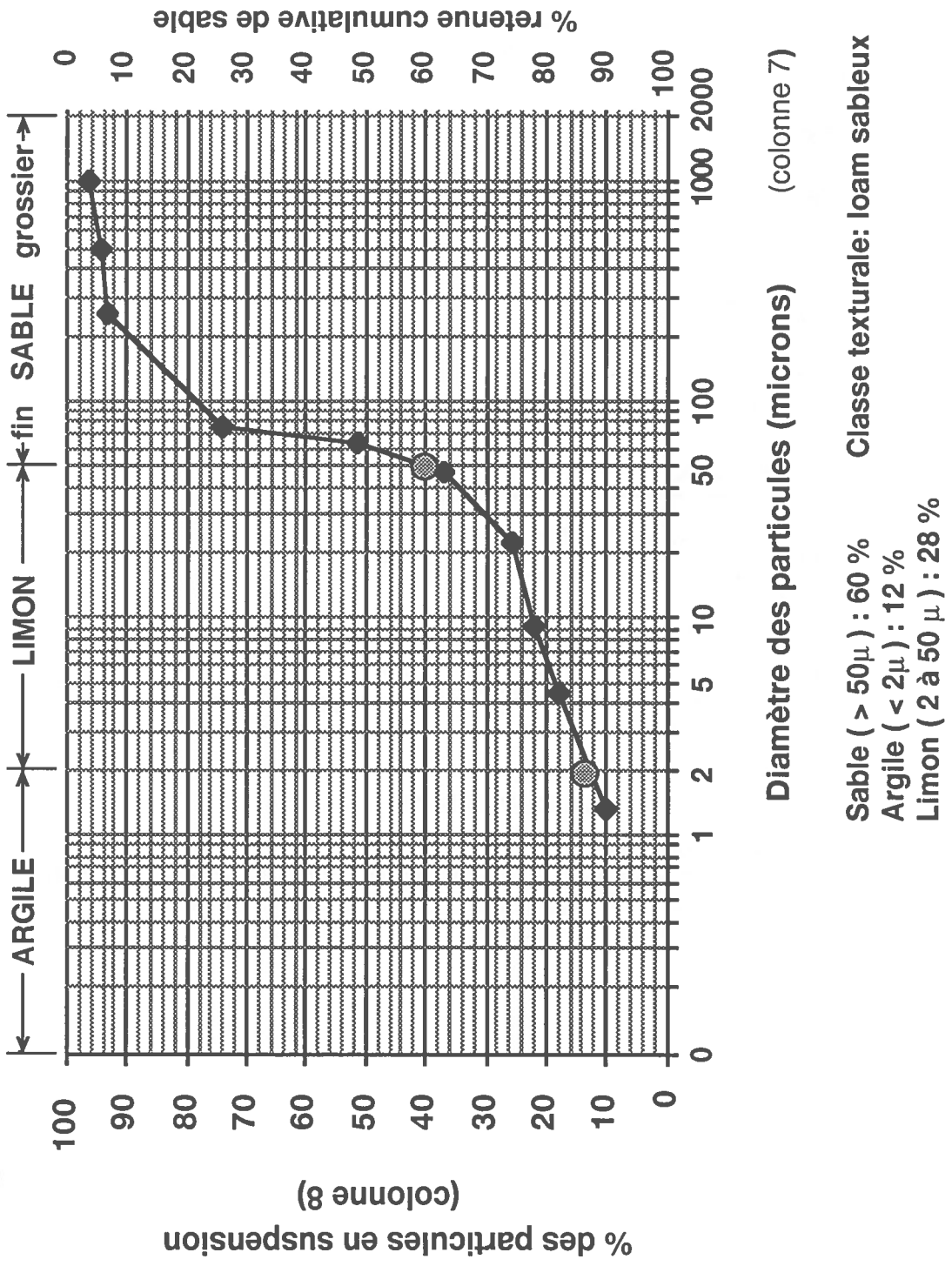


Fig 1B. Courbe granulométrique du sol Soulanges

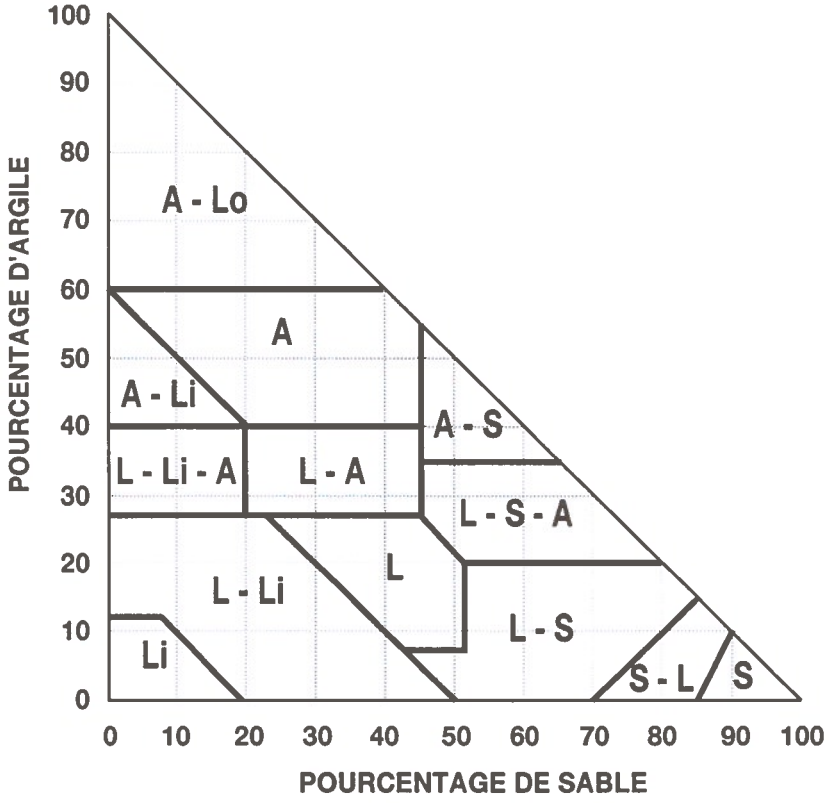


Fig. 2 Classes texturales.

Pourcentage d'argile et de sable dans les principales classes texturales des sols; le pourcentage de limon se détermine par différence.
A : argile, L : loam, Li : limoneux, Lo : lourde, S : sable

DOSAGE AUTOMATISÉ DE L'AZOTE AMMONIACAL, DES NITRITES ET DES NITRATES

Appareils:

- Auto-analyseur A.A. II de Technicon
- Agitateur rotatif type Northcott

Réactifs:

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

Réactifs pour l'azote ammoniacal:

1) **Solution extractive KCl 2 M**
Dissoudre 149,2 g de KCl dans 800 mL d'eau distillée et compléter le volume à 1 L.

2) **Solution tampon de phosphate-tartrate-pH 13,0**
Dissoudre 50 g de tartrate de sodium et de potassium ($NaKC_4H_4O_6.4H_2O$) et 14,2 g de phosphate de sodium (Na_2HPO_4 anhydre) dans 600 mL d'eau distillée. Ajouter 100 mL de NaOH (50%, p/p). Laisser refroidir, compléter à 1 L avec de l'eau distillée et mélanger.

3) **Solution de chlorure de sodium et d'acide sulfurique**
Dissoudre 200 g de NaCl dans environ 1 L d'eau distillée. Ajouter 15 mL de H_2SO_4 concentré et 2 mL de Brij-35. Compléter à 2 L avec de l'eau distillée et mélanger.

4) **Solution d'hypochlorite de sodium 0,315%**
Diluer 6 mL de NaClO 5,25% à 100 mL avec de l'eau distillée et mélanger. Préparer une solution fraîche chaque jour. Ajouter 0,1 mL de Brij-35.

5) **Solution de nitroprusside et de salicylate de sodium**
Dissoudre 150 g de salicylate de sodium ($NaC_7H_5O_3$) et 0,5 g de nitroprusside de sodium ($NaFe(CN)_5NO.2H_2O$) dans environ 600 mL d'eau distillée. Compléter à 1 L avec de l'eau distillée. Mélanger vigoureusement et conserver dans une bouteille opaque.

Réactifs pour les nitrates et nitrites:

6) **Solution de chlorure d'ammonium**
Dissoudre 10 g de NH_4Cl dans environ 600 mL d'eau distillée. Compléter à 1 L avec de l'eau distillée.

7) **Réactif servant à développer la couleur**
À 400 mL d'eau distillée, ajouter avec précaution 50 mL d'acide phosphorique concentré 85% (H_3PO_4) et 5 g de sulfanilamide ($C_6H_8N_2O_2S$).

Laisser dissoudre complètement et ajouter 0,25 g de dihydrochlorure de N-(1-Naphtyl) éthylenediamine ($C_{12}H_{14}N_2.2HCl$) et bien dissoudre. Compléter à 500 mL avec de l'eau distillée. Agiter et conserver dans un contenant opaque. Ajouter 0,5 mL de Brij-35.

DOSAGE AUTOMATISÉ DE L'AZOTE AMMONIACAL, DES NITRITES ET DES NITRATES

Réactifs pour les nitrates et nitrites: (suite)

8) **Solution de sulfate de cuivre 2%**
Dissoudre 20 g de $CuSO_4.5H_2O$ dans 500 mL d'eau distillée et compléter à 1 L.

9) **Solution de HCl 1N**
Prélever 80,8 mL de HCl concentré. Compléter à 1 L avec de l'eau distillée.

Solutions standards:

10) **Standard 1000 ppm de N-NH_4^+**
Dissoudre 3,819 g de NH_4Cl dans environ 600 mL d'eau distillée. Compléter à 1 L avec de l'eau distillée. Cette solution contient 1000 µg/mL ou ppm de N.

11) **Standard 100 ppm de N-NH_4^+**
À partir d'une solution-mère de 1000 ppm (ou 1000 µg/mL) de N, pipetter 10 mL dans une fiole jaugée de 100 mL. Compléter au trait de jauge avec de la solution d'extraction (KCl 2 M).

12) **Standard 100 ppm de N-NO_3^-**
Dissoudre 0,721 g de KNO_3 dans 600 mL de KCl 2 M. Compléter à 1 L avec la solution d'extraction (KCl 2 M).

13) **Standard combiné de N-NH_4^+ et N-NO_3^-**
Pipetter respectivement dans des fioles jaugées de 100 mL 0,50, 1,0, 2,0, 4,0 et 8,0 mL du standard 100 ppm de N-NH_4^+. Ensuite pipetter respectivement 0,25, 0,50, 1,00, 2,00 et 4,00 mL du standard 100 ppm du N-NO_3^-. Compléter au trait de jauge avec la solution extractive KCl 2 M.

Composition du standard combiné

Élément	Concentration finale (µg/mL ou ppm)					
N-NH_4^+	0	0,50	1,00	2,00	4,00	8,00
N-NO_3^-	0	0,25	0,50	1,00	2,00	4,00

DOSAGE AUTOMATISÉ DE L'AZOTE AMMONIACAL, DES NITRITES ET DES NITRATES

Procédure:

1) Extraction

1.1) Peser 5 g de sol séché à l'air et tamisé à 2 mm dans une fiole erlenmeyer Phillips (capacité 125 mL).

1.2) Ajouter 25 mL de solution extractive (KCl 2 M).

1.3) Agiter pendant 30 min (agitateur rotatif Northcott à 120 oscillations/min) et filtrer (Whatman 40).

1.4) Recueillir le filtrat dans des contenants en polyéthylène jetables et doser par colorimétrie automatisée (type Technicon).

Remarques

Il est préférable de faire l'extraction sur l'échantillon de sol à l'état humide puisque le séchage peut entraîner des modifications sur le résultat de NH_4 et NO_3. Dans ce cas, il faut faire un test pour l'humidité en séchant le sol à 105°C pendant 16 h et rapporter les résultats sur le poids sec du sol.

Le dosage doit être effectué le plus tôt possible après le prélèvement, particulièrement en ce qui concerne l'ammonium à cause de l'activité microbienne présente dans les sols.

Toutes les opérations (pesées, extractions et dosages) doivent être effectuées dans un endroit exempt de toutes vapeurs ammoniacales ou nitriques.

Toute la verrerie de laboratoire doit être bien rincée à l'aide de HCl 1 N suivi d'eau distillée pour éliminer toute trace d'ammonium et de nitrates.

Afin de minimiser les risques de contaminations en aluminium pouvant être causées par les papiers-filtres, on doit rejeter les premiers millilitres du filtrat.

Inclure des témoins (blanc) à chaque série d'échantillons, ainsi qu'un échantillon de référence.

DOSAGE AUTOMATISÉ DE L'AZOTE AMMONIACAL, DES NITRITES ET DES NITRATES

Procédure: (suite)

2) Dosage de l'azote ammoniacal

Mise en marche de l'auto-analyseur Technicon (figure 1)

2.1) Mettre en marche les différents modules de l'auto-analyseur Technicon en plaçant tous les tubes des réactifs dans l'eau.

2.2) Disposer chacun des tubes dans leur réactif respectif sauf celui de la solution de salicylate de sodium qui est placé 10 min après les autres afin d'éviter la formation d'un précipité dans les tubes.

2.3) Lorsque le système est équilibré, ajuster le zéro avec le bouton «Baseline» (pour le zéro, on utilise la solution extractive KCl 2 M). Ensuite à l'aide du bouton «Std Cal», ajuster le standard le plus élevé, soit 8,00 ppm à 80 d'absorbance sur le papier de l'enregistreur (figure 2).

2.4) Disposer les standards et les échantillons sur un plateau à échantillons et mettre l'auto-analyseur Technicon en marche.

2.5) Pour l'arrêt du système, enlever le tube de la solution de salycilate au moins 5 min avant les autres réactifs. Ensuite placer tous les autres tubes dans l'eau pour au moins 20 min afin de bien nettoyer le système.

3) Dosage des nitrates et nitrites

3.1) Traitement du cadmium et remplissage de la colonne de réduction

3.1.1) Utiliser du cadmium granuleux (40-60 mesh) (Technicon T-11-5063) pour la colonne de réduction.

3.1.2) Laver le cadmium avec une solution de HCl 1 N et rincer avec de l'eau distillée.

3.1.3) Faire réagir 10 g de cadmium avec 100 mL d'une solution de sulfate de cuivre à 2%. Agiter environ 5 min (l'intensité de la couleur bleue devrait diminuer). Décanter et répéter avec une autre portion de sulfate de cuivre jusqu'à ce qu'un précipité colloïdal brun se forme.

3.1.4) Laver le cadmium-cuivre avec de l'eau distillée environ 15 à 20 fois afin d'enlever toutes les particules colloïdales.

3.1.5) Remplir la colonne (en forme de U) avec de l'eau distillée pour éviter la formation de bulles d'air au cours du remplissage.

3.1.6) Transférer les granules de cuivre-cadmium dans la colonne et placer un tampon de laine de verre à chaque extrémité du tube.

DOSAGE AUTOMATISÉ DE L'AZOTE AMMONIACAL, DES NITRITES ET DES NITRATES

Procédure: (suite)

3.2) Mise en marche de l'auto-analyseur Technicon (pour analyse des nitrites et nitrates)

3.2.1) Mettre en marche les différents modules de l'auto-analyseur Technicon en plaçant tous les tubes dans leurs réactifs respectifs. Bien s'assurer que tous les tubes soient remplis de réactifs afin d'éviter la formation de bulles d'air dans la colonne.

3.2.2) Afin d'activer la colonne de réduction cuivre-cadmium, faire pomper pendant environ 5 min un standard de 2 ppm de $N\text{-}NO_3^-$.

3.2.3) Pour vérifier l'efficacité de la colonne de réduction, introduire un standard de 2 ppm $N\text{-}NO_3^-$ ainsi qu'un standard de 2 ppm $N\text{-}NO_2^-$. Le taux de réduction devrait se situer à 99% (figure 2).

3.2.4) Lorsque le système est équilibré, ajuster le zéro avec le bouton «Baseline» (pour le zéro, on utilise la solution extractive KCl 2 M). Ensuite à l'aide du bouton «Std Cal», ajuster le standard le plus élevé, soit 4,00 ppm de $N\text{-}NO_3^-$, à 80 d'absorbance sur le papier de l'enregistreur (figure 2).

3.2.5) Disposer les standards et les échantillons sur un plateau à échantillons et mettre en marche l'échantillonneur Technicon. Intercaler un standard 2 ppm de $N\text{-}NO_2^-$ à tous les 40 échantillons afin de vérifier le bon fonctionnement de la colonne de réduction.

3.2.6) Avant l'arrêt du système, enlever la colonne de réduction afin de ne pas introduire des bulles d'air. De même, rincer le système avec de l'eau distillée au moins 20 min avant l'arrêt de celui-ci.

Remarques concernant le dosage des nitrates et nitrites

Il faut s'assurer que le filtrat soit limpide et exempt de couleur, car la turbidité ainsi que la présence de couleur interfèrent à cette longueur d'onde (520 nm).

Si on veut doser l'ion nitrite ($N\text{-}NO_2^-$), on n'a qu'à enlever la colonne de réduction cuivre-cadmium et continuer à opérer le système analytique; à ce moment, on utilise des standards de $N\text{-}NO_2^-$.

Calcul

$$\mu g/g\ (N\text{-}NO_3^- + N\text{-}NO_2^-) = \frac{\mu g/mL\ (N\text{-}NO_3^- + N\text{-}NO_2^-) \times 25\ mL}{5{,}0\ g\ (\text{poids échantillon})}$$

ou
ppm $(N\text{-}NO_3^- + N\text{-}NO_2^-)$
dans le sol

DOSAGE AUTOMATISÉ DE L'AZOTE AMMONIACAL, DES NITRITES ET DES NITRATES

Références

1) Bremner, J.M. 1959. Determination of fixed ammonium in soil. Journal of Agricultural Science 52: 147-160.

2) Bremner, J.M. and D.R. Keeney. 1965. Steam-distillation methods for determination of ammonium, nitrate and nitrite. Analytical Chemistry Acta 32: 485-495.

3) Burdin, S. 1973. Détermination de l'azote ammoniacal et nitrite dans les sols et les eaux. Méthodes de dosage automatique. L'agronomie tropicale 28 (12): 1195-1199.

4) Noram, R.J. and J.W. Stucki. 1981. The determination of nitrate and nitrite in soil extract by ultraviolet spectrophotometry. Journal of the American Soil Science Society 45: 347-353.

5) Sahrawat, K.L. and R. Prasad. 1975. A rapid method for determination of nitrate-nitrite and ammoniacal nitrogen in soils. Plant and Soil 42: 305-308.

6) Individual/Simultaneous determination of nitrogen and/or phosphorus in BD acid digest, 1977. Industrial method #334-74 W/B Technicon Industrial Systems/Tarrytown, N.Y. 10591.

7) Nitrate and nitrite in water and wastewater, 1973. Industrial Method. Tarrytown Technicon Industrial Systems/Tarrytown N.Y. 10591.

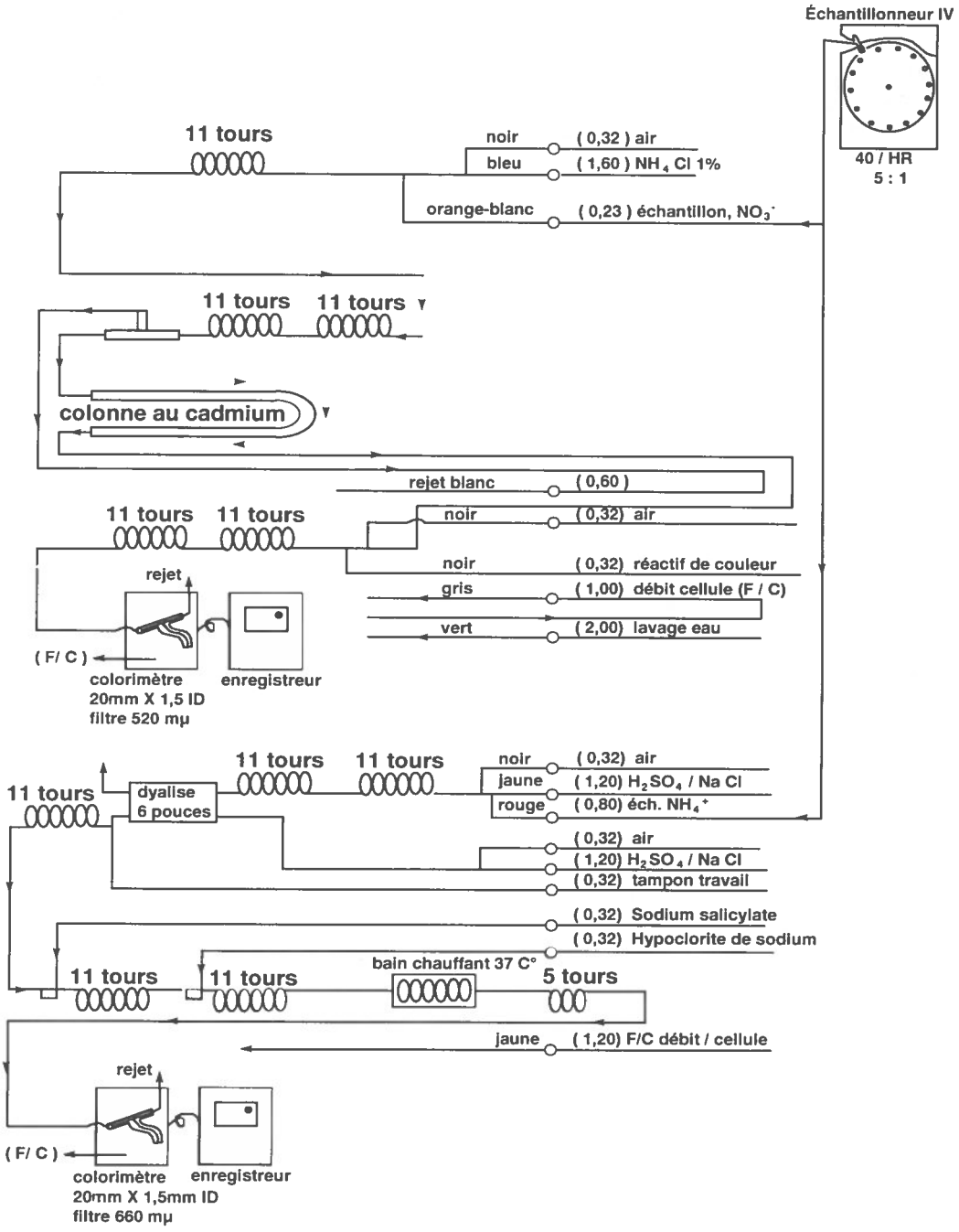


Fig. 1: Détermination de l'ammonium ainsi que nitrates + nitrites échangeables dans les sols.

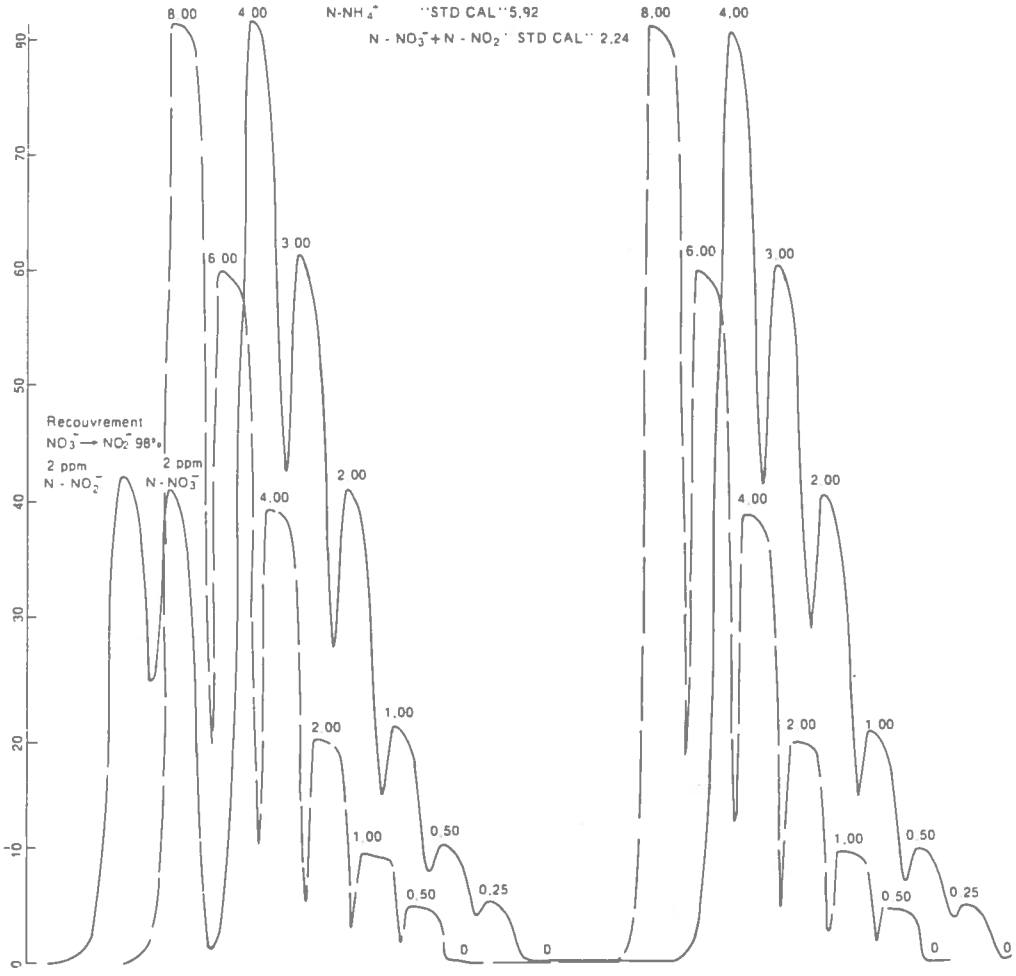



Fig. 2 Représentation graphique du dosage de l'ammonium ainsi que nitrates + nitrites échangeables dans les sols ($N\text{-}NH_4^+$ 0-8,00 ppm $N\text{-}NO_3^- + NO_2^-$ 0-4,00 ppm)