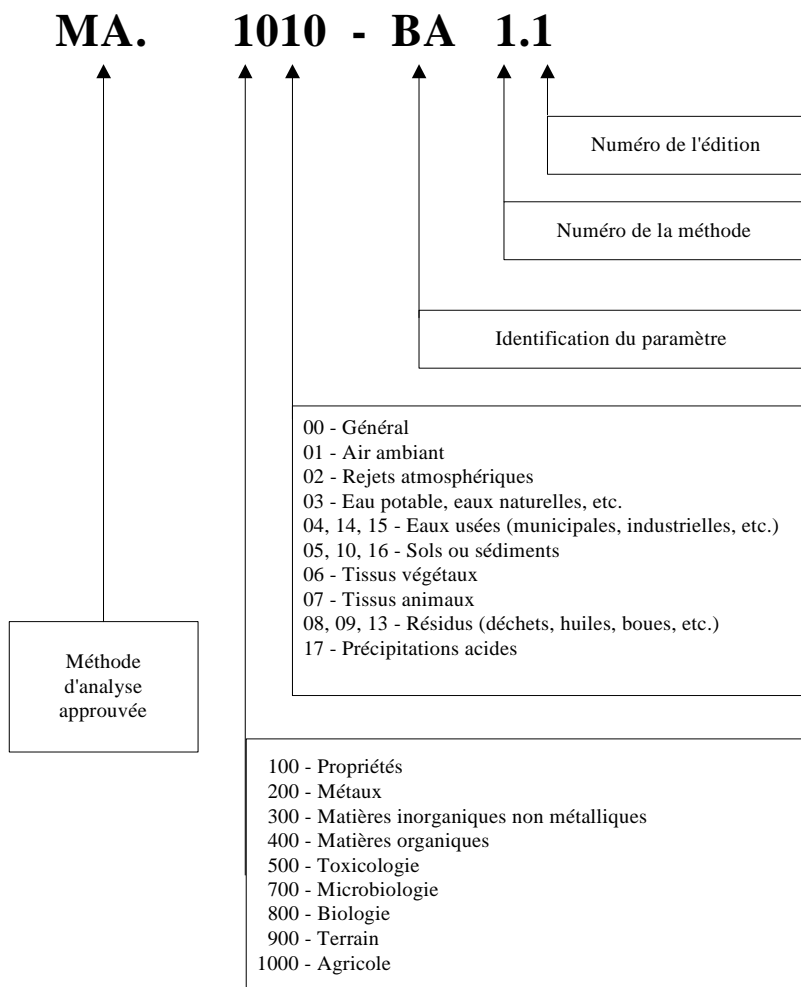


MA. 1010 – NO 1.0
Édition : 2003-03-27

Méthode d'analyse
Détermination de l'azote ammoniacal et des nitrates
dans les sols agricoles : méthode par titrimétrie

Exemple de numérotation :



Reproduction et traduction, même partielles, interdites sans l'autorisation du Centre d'expertise en analyse environnementale du Québec, ministère de l'Environnement du Québec.

Ce document doit être cité de la façon suivante :

CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC et
MINISTÈRE DE L'AGRICULTURE, DES PÊCHERIES ET DE L'ALIMENTATION DU
QUÉBEC, Détermination de l'azote ammoniacal et des nitrates dans les sols agricoles : méthode
par titrimétrie, MA. 1010 – NO 1.0, Ministère de l'Environnement du Québec, 2003, 10 p.

TABLE DES MATIÈRES

INTRODUCTION	5
1. DOMAINE D'APPLICATION	5
2. PRINCIPE ET THÉORIE	5
3. FIABILITÉ	5
3.1. Interférence	5
3.2. Limite de détection	5
3.3. Limite de quantification	5
3.4. Sensibilité	5
3.5. Fidélité	6
3.6. Justesse	6
3.7. Pourcentage de récupération	6
4. CONSERVATION DES ÉCHANTILLONS	6
5. APPAREILLAGE	6
6. RÉACTIFS ET ÉTALONS	6
7. PROTOCOLE D'ANALYSE	7
7.1. Préparation de l'échantillon	8
7.2. Dosage	8
7.3. Préparation spéciale de la verrerie	9
8. CALCUL ET EXPRESSION DES RÉSULTATS	9
9. CRITÈRES D'ACCEPTABILITÉ	9
10. BIBLIOGRAPHIE	9

INTRODUCTION

L'azote est l'élément qui stimule la croissance des plantes en contribuant à la construction des protéines et à la formation de la chlorophylle. L'azote dans le sol est présent sous la forme de nitrate et est facilement extrait. C'est par la nitrification que les microorganismes du sol convertissent l'azote ammoniacal en nitrate, la forme d'azote la plus facilement assimilable par les plantes.

1. DOMAINE D'APPLICATION

Cette méthode est utilisée pour faire la détermination de l'azote ammoniacal et des nitrates dans les sols agricoles.

Le domaine d'étalonnage se situe entre 10 et 100 mg/kg pour les sols.

2. PRINCIPE ET THÉORIE

L'azote ammoniacal est facilement extrait du sol. Dans une première étape, il est retiré du sol par distillation. Les nitrates présents sont par la suite transformés en azote ammoniacal par réaction avec un alliage Devarda, puis distillés pour ainsi mesurer l'azote transformé et déterminer la quantité de nitrates présents dans le sol.

3. FIABILITÉ

Les termes suivants sont définis dans le document DR-12-VMC, intitulé « Protocole pour la validation d'une méthode d'analyse en chimie ».

3.1. INTERFÉRENCE

Sans objet.

3.2. LIMITE DE DÉTECTION

Aucune donnée statistique n'est disponible.

3.3. LIMITE DE QUANTIFICATION

Aucune donnée statistique n'est disponible.

3.4. SENSIBILITÉ

Aucune donnée statistique n'est disponible.

3.5. FIDÉLITÉ

3.5.1. Répliquabilité

Aucune donnée statistique n'est disponible.

3.5.2. Répétabilité

Aucune donnée statistique n'est disponible.

3.6. JUSTESSE

Aucune donnée statistique n'est disponible.

3.7. POURCENTAGE DE RÉCUPÉRATION

Aucune donnée statistique n'est disponible.

4. **CONSERVATION DES ÉCHANTILLONS**

Conserver les échantillons dans des contenants en plastique ou dans des boîtes de carton ciré exempts de contamination.

Aucun agent de conservation n'est requis et les échantillons peuvent être conservés à la température ambiante. Le délai de conservation entre le prélèvement et l'analyse ne doit pas excéder 6 mois.

5. **APPAREILLAGE**

5.1. Agitateur mécanique

5.2. Four à moufle

5.3. Appareil Kjeltex (ou minéralisateur BD-20 ou 40)

6. **RÉACTIFS ET ÉTALONS**

Tous les réactifs commerciaux utilisés sont de qualité A.C.S., à moins d'indication contraire.

L'eau utilisée pour la préparation des réactifs et des étalons est de l'eau distillée ou déminéralisée.

6.1. Chlorure de potassium, KCl (CAS n° 7447-40-7)

6.2. Oxyde de magnésium, MgO (CAS n° 1309-48-4)

- 6.3. Chlorure de calcium, CaCl_2 (CAS n° 10043-52-4)
- 6.4. Alliage Devarda (CAS n° 8049-11-4)
- 6.5. Acide chlorhydrique, HCl 0,01 N certifié
- 6.6. Rouge de méthyle, $\text{C}_{15}\text{H}_{15}\text{N}_3\text{O}_2$ (CAS n° 845-10-3)
- 6.7. Éthanol 95 %, $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ (CAS n° 64-17-5)
- 6.8. Sulfate d'ammonium, $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ (CAS n° 7783-20-2)
- 6.9. Nitrate de potassium, KNO_3 (CAS n° 7757-79-1)
- 6.10. Solution de chlorure de potassium 2 M
Dissoudre 150 g de KCl (*cf.* 6.1) dans 800 ml d'eau et compléter le volume à 1 litre.
- 6.11. Préparation de l'oxyde de magnésium et du chlorure de calcium
Chauffer du MgO (*cf.* 6.2) et du CaCl_2 (*cf.* 6.3) dans un four à moufle à 600 °C pendant 2 heures, refroidir et conserver au dessiccateur.
- 6.12. Préparation de l'alliage Devarda
Pulvériser l'alliage de façon à ce que 100 % de l'alliage passe 100 Mesh et 75 % passe 300 Mesh.
- 6.13. Solution de rouge de méthyle (indicateur)
Dissoudre 1 g de rouge de méthyle (*cf.* 6.6) dans 200 ml d'éthanol 95 %.
- 6.14. Solution standard 100 ppm
Dissoudre 0,46 g de $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ (*cf.* 6.8) et 0,722 g de KNO_3 (*cf.* 6.9) dans 1 litre d'eau et conserver au réfrigérateur à 4 °C.

7. PROTOCOLE D'ANALYSE

Pour toute série d'échantillons, les recommandations des « Lignes directrices concernant l'application des contrôles de la qualité en physico-chimie », DR-12-SCA-01, sont suivies afin de s'assurer d'une fréquence d'insertion adéquate en ce qui concerne les éléments de contrôle et d'assurance de la qualité (blanc, matériaux de référence, duplicata, etc.). Tous ces éléments d'assurance et de contrôle de la qualité suivent les mêmes étapes du protocole analytique que les échantillons.

Les renseignements sur la préparation des échantillons de sol agricole sont présentés dans le document intitulé « Préparation des échantillons de sol agricole ».

7.1. PRÉPARATION DE L'ÉCHANTILLON

- Peser 10 g d'échantillon de sol dans un erlenmeyer de 250 ml.
- Ajouter 100 ml de KCl 2 M (*cf.* 6.10) et agiter pendant 1 heure.
- Laisser décanter afin d'avoir un surnageant limpide. Si la solution doit être conservée pendant plus de 24 heures, filtrer sur filtre Whatman n° 42 ou l'équivalent et garder au réfrigérateur à 4 °C.

7.2. DOSAGE

7.2.1. Détermination de l'azote ammoniacal

- Sous le condensateur du Kjeltect, placer un erlenmeyer contenant 5 ml indicateur.
- Prélever 40 ml du surnageant dans un tube BD-20, ajouter 1,2 g de MgO (*cf.* 6.2) et 1,0 g de CaCl₂ (*cf.* 6.3).
- Insérer le tube sur le distillateur Kjeltect et débiter la distillation jusqu'à l'obtention de 100 à 125 ml de distillat.
- Enlever l'erlenmeyer et titrer le distillat avec du HCl 0,01 N (*cf.* 6.5).
- Effectuer un essai à blanc de la même façon.

7.2.2. Détermination des nitrates

- Sous le condensateur du Kjeltect, placer un erlenmeyer contenant 5 ml indicateur.
- Prélever 40 ml du surnageant dans un tube BD-20, ajouter 1,2 g de MgO et 1,0g de CaCl₂.
- Insérer le tube sur le distillateur Kjeltect et débiter la distillation jusqu'à 100 à 125 ml de distillat.
- Enlever l'erlenmeyer et titrer le distillat avec du HCl 0,01N (*cf.* 6.5).
- Insérer un nouvel erlenmeyer contenant 5 ml d'indicateur sous le condensateur.
- Au tube BD-20, ajouter 2,0 g de la préparation d'alliage Devarda (*cf.* 6.4) et effectuer immédiatement la distillation sur le distillateur Kjeltect, récolter entre 100 et 125 ml de distillat.
- Enlever l'erlenmeyer et titrer le distillat avec du HCl 0,01 N (nitrate).
- Effectuer un essai à blanc de la même façon.

7.3. PRÉPARATION SPÉCIALE DE LA VERRERIE

Aucun soin autre que le lavage et le séchage de la verrerie n'est nécessaire pour la détermination de l'azote ammoniacal et des nitrates.

8. CALCUL ET EXPRESSION DES RÉSULTATS

Les résultats d'analyse sont déterminés comme suit :

Teneur en azote ammoniacal (N-NH₄) (ppm) = (Volume_{échantillon} - Volume_{blanc}) × 35

Teneur en nitrate (N-NO₃) (ppm) = (Volume_{échantillon} - Volume_{blanc}) × 35

où : Volume_{échantillon} = volume (ml) de HCl 0,01 N pour titrer l'échantillon
Volume_{blanc} = volume (ml) de HCl 0,01 N pour titrer le blanc

9. CRITÈRES D'ACCEPTABILITÉ

Les termes utilisés dans cette section sont définis au document DR-12-SCA-01 et sont appliqués comme suit :

Pour les matériaux de référence, les matériaux de référence certifiés, les duplicata et les replica, les critères sont définis par le responsable du laboratoire.

10. BIBLIOGRAPHIE

CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC et MINISTÈRE DE L'AGRICULTURE, DES PÊCHERIES ET DE L'ALIMENTATION DU QUÉBEC, Préparation des échantillons de sol agricole, DR-12-PEA, Ministère de l'Environnement du Québec, 2003, 8 p.

CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC, Lignes directrices concernant l'application des contrôles de la qualité en physico-chimie, DR-12-SCA-01, Ministère de l'Environnement du Québec, 1996.

CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC, Protocole pour la validation d'une méthode d'analyse en chimie, DR-12-VMC, Ministère de l'Environnement du Québec, 2002, 27 p.

CONSEIL DES PRODUCTIONS VÉGÉTALES DU QUÉBEC, Azote ammoniacal et nitrate, Agdex 533, juin 1988, 2 pages.

ISSAC R. A. and W. C. JOHNSON, Determination of total nitrogen on plant tissues using BD-40 digestion, *Journal of Association of Official Analytical Chemists*, vol. 59, 1980, p. 98-100.