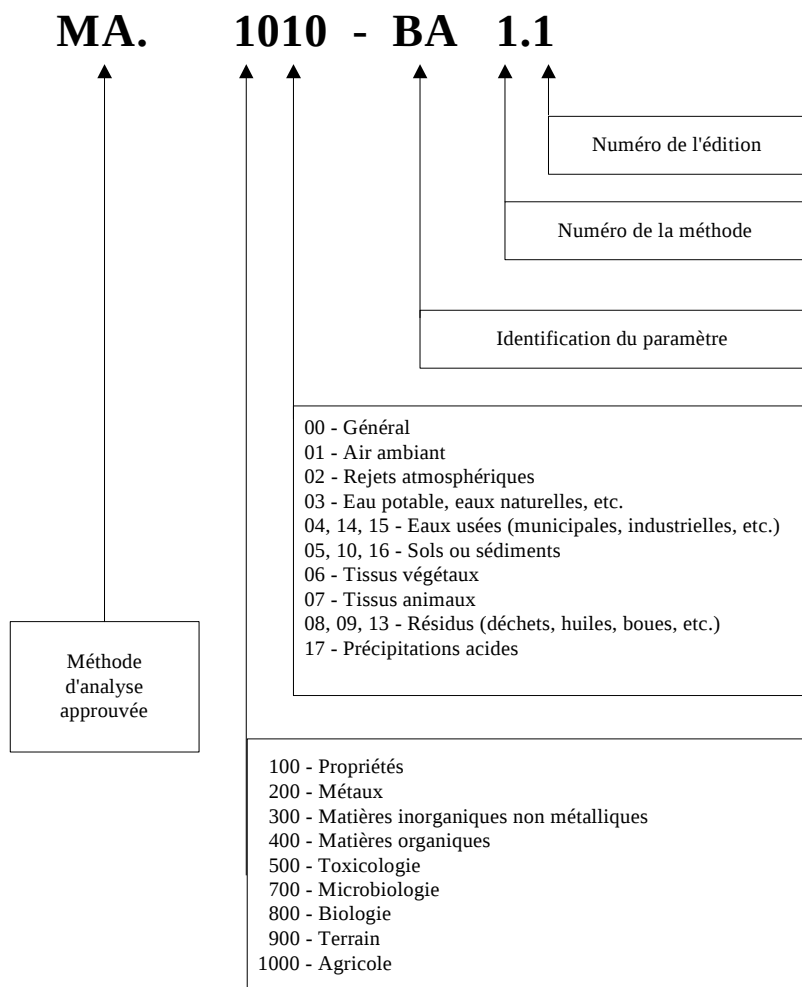


MA. 1010 – BA 1.0
Édition : 2003-03-27

Méthode d'analyse
Détermination du bore soluble à
l'eau chaude dans les sols agricoles :
méthode azométhine-H

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 du bore soluble à l'eau chaude dans les sols agricoles : méthode
azométhine-H, MA. 1010 – BA 1.0, Ministère de l'Environnement du Québec, 2003, 9 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	8
8. CALCUL ET EXPRESSION DES RÉSULTATS	8
9. CRITÈRES D'ACCEPTABILITÉ	9
10. BIBLIOGRAPHIE	9

INTRODUCTION

Le bore est adsorbé dans le sol en solution et sous forme minérale. L'adsorption du bore par les plantes est liée au pH du sol. Le bore joue un rôle important dans l'intégrité structurelle des parois cellulaires, l'établissement des fruits et le développement des graines ainsi que dans le métabolisme des glucides et des protéines.

Les besoins des cultures varient considérablement en raison de leur capacité d'adsorption de bore et leur tolérance à ce micronutriment. La démarcation entre le déficit et la toxicité est mince.

1. DOMAINE D'APPLICATION

Cette méthode est utilisée pour faire la détermination du bore soluble à l'eau chaude dans les sols agricoles (méthode azométhine-H).

2. PRINCIPE ET THÉORIE

Le bore présent dans le sol est extrait à l'eau chaude. Le filtrat est analysé par colorimétrie après réaction du bore soluble avec une solution azométhine-H.

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

La présence de couleur et de turbidité dans l'extrait peut causer de l'interférence.

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. Plaque chauffante

5.2. Étuve

5.3. Spectrophotomètre dans le visible

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. Acétate d'ammonium, $\text{CH}_3\text{COONH}_4$ (CAS n° 631-61-8)

6.2. Acétate de potassium, CH_3COOK (CAS n° 127-08-2)

- 6.3. Éthylène dinitrilo-tétraacétate-tétrasodique, EDTA, $C_{10}H_{16}N_2O_8$ (CAS n° 60-00-4)
- 6.4. Acide nitriloacétique, $C_6H_9NO_6$ (CAS n° 139-13-9)
- 6.5. Acide acétique glacial, CH_3COOH (CAS n° 64-19-7)
- 6.6. Azométhine-H, $C_{17}H_{13}NO_8S_2 \cdot XH_2O$ (CAS n° 32266-60-7)
- 6.7. Acide ascorbique, $C_6H_8O_6$ (CAS n° 50-81-7)
- 6.8. Charbon activé Darco G-60 (CAS n° 133-86-4)
- 6.9. Acide borique, H_3BO_3 (CAS n° 10043-35-3)
- 6.10. Agent de masquage tampon

Peser 560 g d'acétate d'ammonium (*cf.* 6.1), 40 g d'acétate de potassium (*cf.* 6.2), 40 g d'éthylène dinitrilo-tétraacétate-tétrasodique (*cf.* 6.3), 16 g d'acide nitriloacétique et ajouter à 480 ml d'eau dans un becher 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 n° 1. Conserver à la température ambiante dans une bouteille en nalgène.

- 6.11. Solution d'azométhine-H

Dissoudre 0,9 g d'azométhine-H et 2 g d'acide ascorbique dans 10 ml d'eau en chauffant légèrement. Laisser refroidir et diluer à 100 ml. Cette solution est stable pendant 14 jours au réfrigérateur. Conserver à la température ambiante dans une bouteille en nalgène.

- 6.12. Solution étalon 100 ppm de bore

Dissoudre 0,5716 g d'acide borique recristallisé et préalablement séché à l'étuve à 105 °C dans un litre d'eau. Conserver à la température ambiante dans une bouteille en nalgène.

- 6.13. Solution standard de 0 à 3 ppm de bore

Ces solutions doivent être préparées tous les jours. Diluer la solution étalon de 100 ppm pour obtenir les concentrations suivantes : 0,25, 0,50, 0,75, 1,0, 2,0 et 3,0 ppm de bore.

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

- Prélever, à l'aide d'une cuillère calibrée, 15 cm³ de sol (broyé et tamisé à 2 mm) dans un becher en verre libre de bore ou en téflon.
- Ajouter 30 ml d'eau et environ 5 cm³ de charbon activé (Darco G-60). Peser le becher et son contenu.
- Agiter, recouvrir d'un verre de montre et chauffer à ébullition pendant 5 minutes.
- Après ébullition, ajouter, si nécessaire, la quantité d'eau perdue par évaporation à partir du poids initial.
- Laisser refroidir de 5 à 10 minutes, bien mélanger et filtrer sur un papier Whatman n° 42 ou l'équivalent. Si nécessaire, pour aider à déposer le sol, centrifuger pendant 15 minutes à 2 000 RPM. Le filtrat doit être limpide pour éviter toute interférence.

7.2. DOSAGE

- Pipetter 3 ml de l'extrait ou du standard dans un tube de 5 ml.
- Ajouter 0,5 ml d'agent de masquage (pour éliminer l'interférence du fer, du cuivre et de l'aluminium) et 0,5 ml de la solution d'azométhine-H.
- Mélanger et laisser reposer pendant une heure.
- Effectuer la lecture à 430 nm sur le spectrophotomètre.

Note – On peut aussi analyser le filtrat ou le standard par la méthode de dosage avec un spectromètre d'émission au plasma pour obtenir la concentration de bore.

7.3. PRÉPARATION SPÉCIALE DE LA VERRERIE

Utiliser autant que possible de la verrerie qui a été rincée au préalable avec une solution d'acide chlorhydrique pour la détermination du bore soluble à l'eau chaude.

8. **CALCUL ET EXPRESSION DES RÉSULTATS**

Les résultats d'analyse sont déterminés comme suit :

Teneur en bore (ppm) = (concentration lue × 30 ml)/15 g = concentration lue × 2

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, 36 p.

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, Méthodes d'analyse des sols, des fumiers et des tissus végétaux, Agdex 533, Bore (méthode azométhine-H), juin 1988, 2 p.

MINISTÈRE DE L'AGRICULTURE, DES PÊCHERIES ET DE L'ALIMENTATION, Principes et techniques d'analyse de sols, Ministère de l'Agriculture, des Pêcheries et de l'Alimentation, Service de recherche en sol, 1982, p. 22-27.

UNIVERSITY OF GEORGIA, Laboratory procedures, R. Isaac, 1984.