

Détermination du N-NO₃ dans l'extrait au chlorure de calcium 0.01M (1:4)

Version 2.1 (2020)

Code	NM-NO ₃		Secteurs d'utilisation possibles
Secteur d'utilisation	Conseil de fumure	Grandes cultures et herbage	x
		Légumes (en pleine terre et sous serre)	x
		Viticulture, Arboriculture, Culture de baies, Plantes aromatiques et médicinales	
	Caractérisation du site		
	Appréciation des polluants		
	Engrais de recyclage	Compost	
		Digestat solide	
		Digestat liquide	
		Boue d'épuration	
	Engrais de ferme	Fumier	
Lisier			
Engrais minéraux			
Charbon végétal			
Recherche			
Bases légales / Mise en application de prescriptions légales	Mesure des éléments nutritifs pour le conseil de fumure selon le principe de la fertilisation des cultures agricoles en Suisse (PRIF).		
Critères de reconnaissance pour les laboratoires	-		
Méthodes correspondantes	Prélèvement de l'échantillon	NM-PN	
	Préparation de l'échantillon	NM-PA	
	extraction	NM-Ex	
	mesure	NM-NO ₃ , NM-NH ₄ , NM-N, Smin	

Domaine de concentration / de mesure	
Résultat	mg N-NO ₃ /litre d'extrait; 2 décimales mg N-NO ₃ /kg sol sèche; 1 décimale Les valeurs inférieures à 0.5 mg N-NO ₃ /kg terre sèche sont exprimés sous la forme "< 0.5".
Méthodes équivalentes	Au lieu de la mesure manuelle, une mesure automatique peut être utilisée, comme décrite par exemple dans ISO 14'256-2: Soil quality Determination of nitrate, nitrite and ammonium in field-moist soils by extraction with potassiumchloride solution- Part 2 : automated methode with segmented flow analysis. Si des standards internationaux sont utilisés, les standards doivent être adaptés à la méthode d'extraction suisse. Le nitrate peut également être déterminé par chromatographie ionique, voir méthode Smin
Sécurité / environnement	Pas de précautions spéciales



1. Principe

L'ion nitrate est caractérisé par un maximum d'absorption dans le spectre VU à 210 nm. On mesure l'absorption totale de l'extrait de sol, puis l'absorption après réduction des nitrates (Raney-Nickel). La quantité de nitrates présents est mesurée par différence.

2. Exécution

Appareils et ustensiles:

- (A) Balance de précision (0.01 g)
- (B) Balance (précision 0.0001 g)
- (C) Divers ballons jaugés, Eprouvettes, Entonnoirs
- (D) Filtres plissés (Schleicher & Schuell 602 eh ½)
- (E) Filtres plissés (Schleicher & Schuell 790 ½, Ø 32 cm)
- (F) Dispositif de pipetage (de 0.1 à 1.0 ml et de 1 à 5 ml)
- (G) Etuve de séchage
- (H) Photomètre avec cuvette en quartz de 1 cm

Réactifs:

- (1) Eau déminéralisée (H₂O, conductibilité <5 µS/cm)
- (2) Solution d'extraction 0.01M CaCl₂:
Peser (A) 1.470 g de chlorure de calcium (CaCl₂ · 2H₂O, M=147.02 g/mol), transférer dans un jaugé (C) de 1000 ml, bien dissoudre dans H₂O (1) et mettre au trait.
- (3) Raney-Nickel (Alliage de nickel et d'aluminium, 50 / 50 %)
- (4) Solution d'acide sulfurique 20 % H₂SO₄ (V/V):
Pipeter avec précaution 20 ml d'acide sulfurique (H₂SO₄ conc. M = 98.08 g/mol, d= 1.84), transférer dans un jaugé (C) de 100 ml contenant déjà environ 70 ml H₂O (1), laisser refroidir, mettre au trait.
- (5) Solutions standards
(5a) Solution standard A (1 g N-NO₃ /litre):
Peser (B) 7.2185 g de nitrate de potassium (KNO₃, M = 101.11 g/mol), transférer dans un jaugé (C) de 1000 ml, bien dissoudre dans H₂O (1) et mettre au trait.
(5b) Solution standard B (100 mg N-NO₃ /litre):
Pipeter 100 ml de réactif (5) dans un jaugé (C) de 1000 ml, mettre au trait avec H₂O (1).
- (6) Solution d'extraction filtrée:
Filtrer (E) environ 600 ml de réactif (2) dans un récipient. Les premiers 100 ml de filtrat sont à rejeter. Cette solution est utilisée pour la préparation des solutions d'étalonnage.
- (7) Solutions d'étalonnage:

(7a)	1.0 ml réactif (5b), mettre au trait 250 ml avec le réactif (6) =	0.4 ml N-NO ₃ /l
(7b)	2.5 ml réactif (5b), mettre au trait 250 ml avec le réactif (6) =	1.0 ml N-NO ₃ /l
(7c)	5.0 ml réactif (5b), mettre au trait 250 ml avec le réactif (6) =	2.0 ml N-NO ₃ /l
(7d)	10.0 ml réactif (5b), mettre au trait 250 ml avec le réactif (6) =	4.0 ml N-NO ₃ /l
(7e)	25.0 ml réactif (5b), mettre au trait 250 ml avec le réactif (6) =	10.0 ml N-NO ₃ /l
(7f)	50.0 ml réactif (5b), mettre au trait 250 ml avec le réactif (6) =	20.0 ml N-NO ₃ /l

 Blanc de calibration: solution (6)

Mode opératoire:

- a) Manipulation avec les solutions d'étalonnage:
 - Azote nitrique avant la réduction (valeur NAR):
Pipeter 5 ml de chaque solution d'étalonnage (7) dans un jaugé (C) de 20 ml, ajouter 0.5 ml de réactif (4) et mettre au trait avec H₂O (1). Mesurer ensuite l'absorption de la solution sur le photomètre (H) à 210 nm en utilisant les cuvettes de quartz de 1 cm, et avec la cuvette de référence contenant H₂O (1). Cette mesure donne la valeur NAR.
 - Azote nitrique après la réduction (valeur NPR):
Peser (A) 0.6 g d'alliage (3) dans une éprouvette (C), ajouter 10 ml de la solution

d'étalonnage (7) la plus concentrée, bien mélanger. Ajouter ensuite 1.0 ml de réactif (4), bien mélanger, puis laisser se dérouler la réaction de réduction du nitrate dans l'étuve (G) à 60 °C durant 1 heure. Filtrer (D) la solution encore chaude. Pipeter 5.5 ml du filtrat dans un jaugé (C) de 20 ml et mettre au trait avec H₂O (1). Mesurer ensuite l'absorption de la solution sur le photomètre (H) à 210 nm, en utilisant les cuvettes de quartz de 1 cm, et avec la cuvette de référence contenant H₂O (1). Cette mesure donne la valeur NPR, qui sert de contrôle de la réduction intégrale des nitrates et de valeur zéro pour les mesures suivantes.

b) Manipulation avec les extraits de sol

– Azote nitrique avant la réduction (valeur NAR):

Pipeter 5 ml d'extrait (Méthode NM-Ex) dans un jaugé (C) de 20 ml, ajouter 0.5 ml de réactif (4) et mettre au trait avec H₂O (1). Mesurer ensuite l'absorption de la solution sur le photomètre (H) à 210 nm en utilisant les cuvettes de quartz de 1 cm, et avec la cuvette de référence contenant H₂O (1). Cette mesure donne la valeur NAR.

– Azote nitrique après la réduction (valeur NPR):

Peser (A) 0.6 g d'alliage (3) dans une éprouvette (C), ajouter 10 ml d'extrait de sol, bien mélanger. Ajouter ensuite 1.0 ml de réactif (4), bien mélanger, puis laisser se dérouler la réaction de réduction du nitrate dans l'étuve (G) à 60 °C durant 1 heure. Filtrer (D) la solution encore chaude. Pipeter 5.5 ml du filtrat dans un jaugé (C) de 20 ml et mettre au trait avec H₂O (1). Mesurer ensuite l'absorption de la solution sur le photomètre (H) à 210 nm, en utilisant les cuvettes de quartz de 1 cm, et avec la cuvette de référence contenant H₂O (1). Cette mesure donne la valeur NPR.

Une éprouvette supplémentaire, contenant 10 ml de la solution d'étalonnage la plus concentrée (7f), est ajoutée à la série, à titre de contrôle de la réduction.

3. Calcul

– Droite d'étalonnage

- Valeurs absolues d'extinction

Ces valeurs sont calculées par la différence des résultats avant et après la réduction:

$$\text{Valeur abs} = \text{Val. NAR} - \text{Val. NPR}$$

- Droite d'étalonnage

Les valeurs absolues sont portées en fonction de la teneur en azote nitrique et permettent de construire la droite de régression.

– Extraits de sols

- Le calcul est effectué comme ci-dessus, et débouche sur la teneur en azote nitrique de l'extrait.

Eléments pour le calcul

a = mg N-NO₃ /litre dans l'extrait, tiré de la droite de calibrage

b = facteur de dilution: dans 600 ml d'extrait: 150 g de terre
dans 1000 ml d'extrait: 250 g de terre

teneur en azote nitrique (mg/g terre): $b = \frac{1}{250}$

c = facteur de correction
résultats mesurés exprimés en mg N-NO₃ /g terre
résultats recherchés exprimés en mg N-NO₃ /kg terre $c = 1000$

d = unité de mesure pour le taux de matière sèche MS: $d = 100$

e = teneur en matière sèche (% MS) de la terre humide.

Calcul:

$$\text{mg N-NO}_3 / \text{kg de terre sèche} = \frac{a \cdot b \cdot c \cdot d}{e} = \frac{a \cdot 1 \cdot 1000 \cdot 100}{250 \cdot e} = \frac{a \cdot 400}{e}$$

Pour la conversion du résultat en kg N_{min} /ha, cf Méthode NM-N

Les éventuelles dilutions sont à prendre en compte dans les calculs.

4. Résultats

mg N-NO₃ /litre d'extrait; 2 décimales

mg N-NO₃ /kg sol sèche; 1 décimale

Les valeurs inférieures à 0.5 mg N-NO₃ /kg terre sèche sont exprimés sous la forme "< 0.5".

5. Histoire

Version	Type du changement	nouveau	avant
Version 1 (1995)	établissement de la méthode		
Version 1.1 (1996)			
Version 2.0 (1997)	Révision méthode		
Version 2.1 (2020)	éditorial	Publication électronique avec nouveau layout	

Impressum

Éditeur	Agroscope Reckenholzstrasse 191 8046 Zürich www.agroscope.ch/referenzmethoden
Renseignements	Diane Bürge
Copyright	© Agroscope 2020