SOMMAIRE

I. **Le BRF**

II. Détermination de la rétention d'eau d'un sol

III. Détermination en pourcentage de la teneur en eau d'un sol

IV. **Détermination de l'azote total par la méthode de kjeldahl**
1. **Principe**
2. **Formule de la détermination du taux d'azote total**
3. **Résultat**

V. Détermination du nitrite dans la terre par la méthode de Griess.

VI. Détermination du carbone organique par la méthode de Walkley et Black

VII. Détermination du carbone organique total par la méthode de Anne

VIII. : Détermination de la biomasse par la méthode de SIR

I. LE BRF

Le Bois Raméal Fragmenté dit BRF est une méthode utilisée depuis longtemps au Canada mais qui a fait son apparition que depuis peu en France.

Le BRF se compose de rameaux de branches encore vertes broyées qui sont ensuite épandues sur le sol puis mélangés à la terre des champs pour permettre une meilleure fertilisation des sols. Ce phénomène se produit car le BRF est riche en nutriments, sucres, protéines, celluloses et lignines ce qui favorise la prolifération de certain champignon et vers de terre essentielle au développement d'un humus riche (l'humus est une sorte de réservoir de minéraux pour les plantes). Outre la lignine le BRF contient des minéraux bénéfiques à la bonne croissance des plantes.

Cette technique d'aggradation des sols a été développée par un groupe de chercheurs canadiens dirigé par le professeur Gilles Lemieux de l'Université de Laval au Québec dans les années 80. Le BRF est aujourd'hui pratiqué dans de nombreux pays avec des résultats étonnants, aussi bien sur des sols stériles que des sols déjà fertiles.

Un mètre cube de BRF stocke 350 litres d'eau comme une éponge. Plus tard, l'humus créé à partir du BRF augmentera fortement la capacité de rétention du sol en eau. Mieux, la faune du sol devient elle-même un réservoir organique. On parle alors d'eau biologique. Résultat : le sol gère lui-même ses réserves d'eau et la plante ne manque de rien.
C'est pour cela que le BRF est bénéfique au sol car il est un réservoir de nutriments et d'eau essentiel au bon développement des plantes.

J'ai effectué plusieurs analyses de sol afin de mettre aux points leurs modes opératoires, pour que des agriculteurs du Tarn puissent les reproduire car ils ont en projet d'utiliser du BRF pour améliorer leur rendement de production. Ces expériences leur permettront de déterminer si le BRF qu'ils utiliseront enrichi effectivement leurs champs en nutriment pour les plantes.

IV. DÉTERMINATION DE L'AZOTE TOTAL PAR LA MÉTHODE DE KJELDAHL

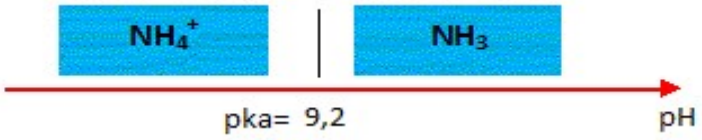
Le but de cette expérience est de mesurer le taux d'azote total dans la terre.
Cette expérience est primordiale car l'azote est très important pour un bon développement des plantes.
Si le taux d'azote total est bas il faut alors enrichir la terre grâce à des engrais ou du BRF.

1. Principe :

Cette méthode consiste à transformer la matière organique azotée en ammoniac pour ensuite le doser. Pour cela on doit tout d'abord faire une minéralisation c'est-à-dire dégrader la matière organique azotée sous la forme de sel d'ammonium :

$$M_{organique} \rightarrow NH_4^+$$

Le pH acide permet au sel d'ammonium d'apparaître dans sa forme acide NH_4^+.



La dégradation de la matière organique azotée se fait à l'aide d'un catalyseur (sulfate de cuivre et sulfate de potassium), de l'acide sulfurique à haute température.

Après la minéralisation il faut distiller l'ammonium avec un ajout d'hydroxyde de sodium pour transformer l'ammonium en ammoniac :

$$NH_4^+ + Na^+ OH^- \rightarrow Na^+ + NH_3 + H_2O$$

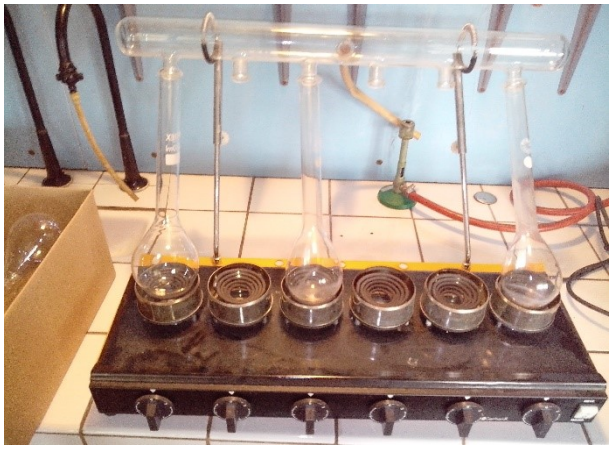


Illustration 1:Madras de minéralisation (Photo Soum Dylan)

Illustration 2: Montage de distillation (Photo Soum Dylan)

L'hydroxyde de sodium sert principalement à passer d'un pH acide à un pH basique, ce qui entraîne l'obtention de l'ammoniac où il est ensuite entraîné par la vapeur d'eau de distillation. L'eau piège ainsi l'ammoniac sous forme d'hydroxyde d'ammonium. Équation de rétention de l'acide :

$$NH_3 + H_2O \rightarrow NH_4^+OH^-$$

Une fois les vapeurs d'ammoniac condensées, elles sont mélangées à un indicateur coloré (solution de rouge de méthyle et de vert de bromocrésol) et de l'acide borique.

L'acide borique est un acide faible qui se complexe avec l'hydroxyde d'ammonium:

$$NH_4^+OH^- + H_3BO_3 \rightarrow H_2BO_3^- NH_4^+ + H_2O$$

Le complexe est ensuite titré par de l'acide sulfurique.

Équation de dosage du complexe par de l'acide sulfurique :

$$2\ H_2BO_3^- NH_4^+ + H_2SO_4 \rightarrow 2\ H_3BO_3 + SO_4(NH_4^+)_2$$

Le mode opératoire de cette méthode est tiré de la norme NF ISO 11261.

(Mode opératoire en annexe).

2. Formule de la détermination du taux d'azote total :

$$W_N = \frac{(V_1 - V_0) \times C(H^+) \times M_N}{m} \times \frac{100 + W_{H_2O}}{100}$$

Où

- V_1 est le volume, en millilitres, d'acide sulfurique utilisé pour le dosage de l'échantillon ;
- V_o est le volume, en millilitres, d'acide sulfurique utilisé dans l'essai à blanc ;
- C (H+) est la concentration en H_3O^+ de l'acide sulfurique, en moles par litre (si, par exemple, 0,01 mol/L d'acide sulfurique est utilisé C (H+) = 0,02 mol/L) car l'acide sulfurique est un diacide ;
- M_N est la masse molaire de l'azote, en grammes par mole (= 14) ;
- m est la masse, en grammes, de l'échantillon de sol séché à l'air ;
- $W_{!!"}$est la teneur en eau, exprimée en pourcentage en masse, lorsque l'échantillon de sol est séché en étuve.

La teneur en eau a été déterminée préalablement selon la norme ISO 11465.

3. Résultat :

Pour une masse pesé m de 0,210 g de terre on trouve un volume V_1 d'acide sulfurique de 0,6 mL.

Pour le blanc la descente de burette d'acide sulfurique est de 0,15 mL (V_0).
La teneur en eau de cette terre et de 2,14% ($W_{!!"}$).
On a donc calcule la teneur en azote total de l'échantillon en mg/g :

$$w_{\&} = \frac{(0{,}6 - 0{,}15) \times 0{,}02 \times 14}{0{,}210} \times \frac{100 + 2{,}14}{100}$$

$$w_{\&} = 0{,}61284\ mg/g$$

L'échantillon de terre possède un taux d'azote total de 0,61284 mg d'azote/g de terre soit 612,84 mg d'azote /kg de sol.
On trouve un assez faible taux d'azote total il faudra par conséquent ajouter de l'engrais ou du BRF pour augmenter ce taux.

CONCLUSION

Ce stage de huit semaines m'a permis de mettre en application beaucoup de notions théoriques et expérimentales apprises lors de ma première année de BTS Chimie et des années précédentes : préparations de solutions, réalisations de dosages, élaborations et utilisations de montages de distillation et analyses par spectrophotométrie et colorimètre.

Voici un récapitulatif des résultats obtenus sous forme de tableau :

expérience faite sur un sol	**résultats**
rétention en eau	100 mL/250 ml de terre
teneur en eau	2,24 %
Azote total Kjeldhal	612,84 mg d'azote/kg de sol
Nitrite Griess	0,6378 mg/kg
carbone organique Walkley et Black	1,87 %
carbone organique Anne	20.41 %
biomasse microbienne SIR	477.86 µg/g de sol sec

Je pense que les résultats seraient différents si le prélèvement de terre avait été réalisé plus en profondeur, entre 20 et 30 cm.

Est-ce que le fait de prélever plus en profondeur permettra d'avoir une meilleure idée de la composition du sol ? Est-ce que le fait d'avoir prélevé les échantillons après qu'il ait fortement plu peut changer les résultats ?

Ce stage a été très enrichissant pour mon expérience professionnelle car il m'a permis de constater en quoi consiste le métier de technicien de laboratoire.

ANNEXES

Mode opératoire Détermination de l'azote total dans la terre par la méthode de Kjeldahl

1. Réactifs :

Acide salicylique/acide sulfurique.
Dissoudre 25 g d'acide salicylique dans 1 L d'acide sulfurique concentré (ρ = 1.84 g/cm^3).

Mélange catalytique au sulfate de potassium.
Broyer mélanger jusqu'à homogénéisation complète 200 g de sulfate de potassium, 6 g de sulfate de cuivre pentahydraté et 6 g de dioxyde de titane ayant la structure cristalline de l'anatase.

Thiosulfate de sodium pentahydraté.
Réduire les cristaux en poudre afin qu'ils passent à travers un tamis de 0.25 mm d'ouverture de maille.

Hydroxyde de sodium, concentration de NaOH = 10 mol/L.

Solution d'acide borique, concentration de H_3BO_3 = 20 g/L.

Indicateur coloré.
Dissoudre 0.1 g de vert de bromocrésol et 0.02 g de rouge de méthyle dans 100 ml d'éthanol.

Acide sulfurique concentration de H^+ = 0.01 mol/L.

2. Appareillage :

Matériel courant de laboratoire :

- Matras ou tube de minéralisation de 50 mL adapté au dispositif de minéralisation.
- Appareillage de distillation, de préférence du type Parnas-Wagner. - Burette graduée de 0.01 mL ou moins.

3. Mode opératoire :

Placer une prise d'essai d'un échantillon d'un sol séché à l'air comprise entre 0.2 g (teneur escomptée en azote environ égale à 0.1 %) dans le matras de minéralisation. Ajouter 4 m d'acide sulfurique et agiter le matras jusqu'à ce que la solution d'acide soit bien mélangée au sol. Laisser reposer le mélange au moins quelques heures. Ajouter 0.5 g de thiosulfate de sodium à l'aide d'un entonnoir sec, dont la tige descend dans la partie bombée du matras. Chauffer le mélange avec précaution sur le dispositif de minéralisation jusqu'à ce qu'il n'y ait plus de mousse.

Refroidir le matras, ajouter 1.1 g du mélange catalytique et chauffer le mélange réactionnel jusqu'à ce qu'il devienne clair. Pour cela, porter doucement à ébullition le mélange pendant un maximum de 5h de façon que l'acide sulfurique se condense à approximativement 1/3 du col du matras. S'assurer que la température ne dépasse pas les 400°C.
Lorsque le procédé de minéralisation est terminé, laisser refroidir le matras, et ajouter lentement, sous agitation, approximativement 20 mL d'eau. Agiter le matras afin d'emmener tout produit insoluble en suspension et transférer son contenu dans un appareil de distillation. Rincer 3 fois l'eau pour achever le transfert.

Ajouter 5 mL d'acide borique dans une fiole conique de 100 mL et placer celle-ci en sortie du condenseur, de manière à ce que son extrémité plonge dans la solution.
Ajouter 20 mL d'hydroxyde de sodium dans l'entonnoir de l'appareillage et laisser doucement couler la base dans le ballon de distillation. Distiller environ 40 mL de distillat (la quantité nécessaire dépend de la dimension de l'appareillage), rincer l'extrémité du condenseur, ajouter quelques gouttes d'indicateur coloré au distillat et titré avec de l'acide sulfurique jusqu'au virage au violet.
Effectuer un essai à blanc dans les mêmes conditions, mais sans sol. Noter le volume d'acide sulfurique utilisé pour laisser à blanc et pour les essais avec des échantillons de sol.

Un dosage potentiométrique est aussi possible. Il convient que le point de titrage soit à pH = 5.