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

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

1. **Principe :**
2. **Formule :**

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

Conclusion

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.

V. DÉTERMINATION DU NITRITE DANS LA TERRE PAR LA MÉTHODE DE GRIESS

Aucune norme n'a été trouvée sur la détermination du taux de nitrite dans le sol. (Mode opératoire en annexe)

Le but de cette expérience est de déterminer le taux de nitrite qui sera transformé par des bactéries en nitrate qui est ensuite assimilé par les plantes en tant que nutriment.

1. Principe :

Cette méthode d'analyse consiste à faire réagir des nitrites avec une amide aromatique pour créer un complexe qui sera ensuite analysé par spectrophotométrie* ou colorimétrie*.

Tout d'abord on a effectué une courbe d'étalonnage pour déterminer la longueur d'onde maximale de travail. (Voir annexe)

On avait à notre disposition un spectrophotomètre spectronic 88 à une longueur d'onde de 540 nm (longueur d'onde de travail), un colorimètre 252 à une longueur d'onde de 530 nm et un colorimètre à une longueur d'onde de 550 nm. On a utilisé ces trois appareils car on veut faire un comparatif des résultats pour avoir une meilleure approche.

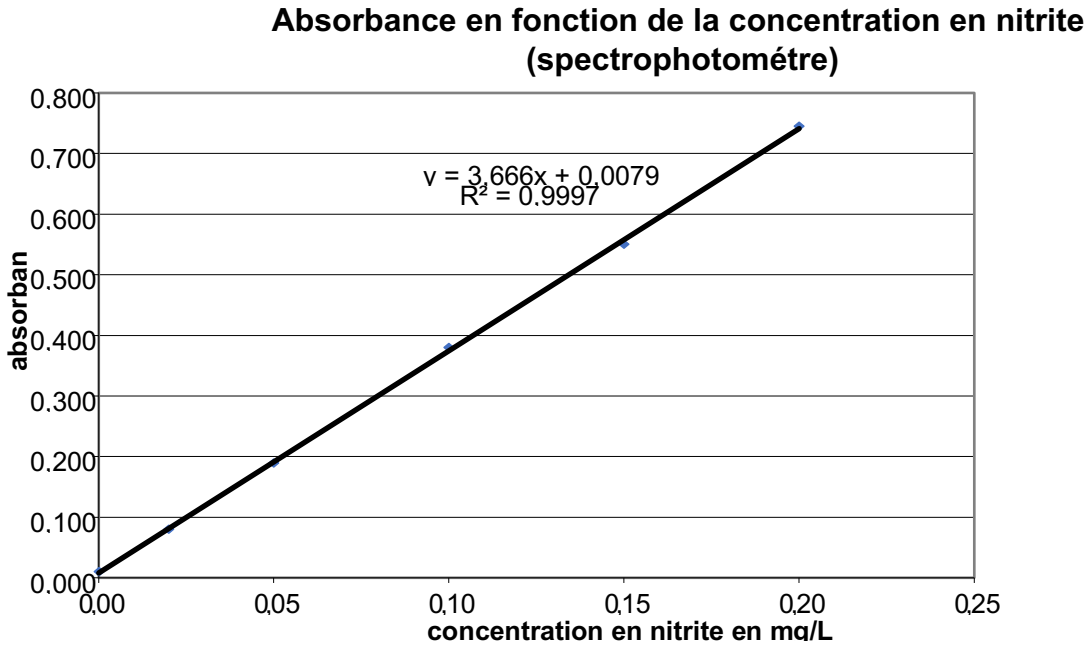
Illustration 3: Spectrophotomètre spectronic 88 de SELI (Photo Soum Dylan)

Illustration 4:Colorimètre 252 ciba corning de SELI (Photo Soum Dylan)

Illustration 5;colorimètre à filtre AT de INITIO et multimètre de JEULIN (Photo Soum Dylan)

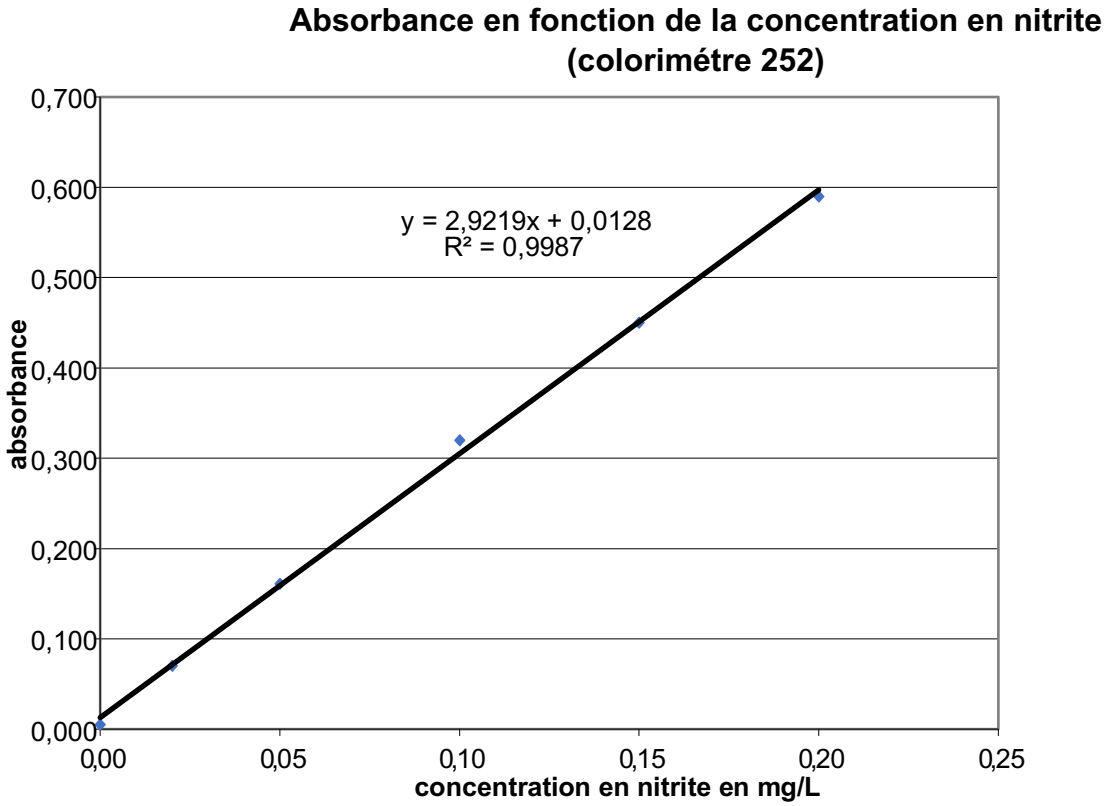
2. Formule :

Calcul de la concentration en nitrite en mg/L

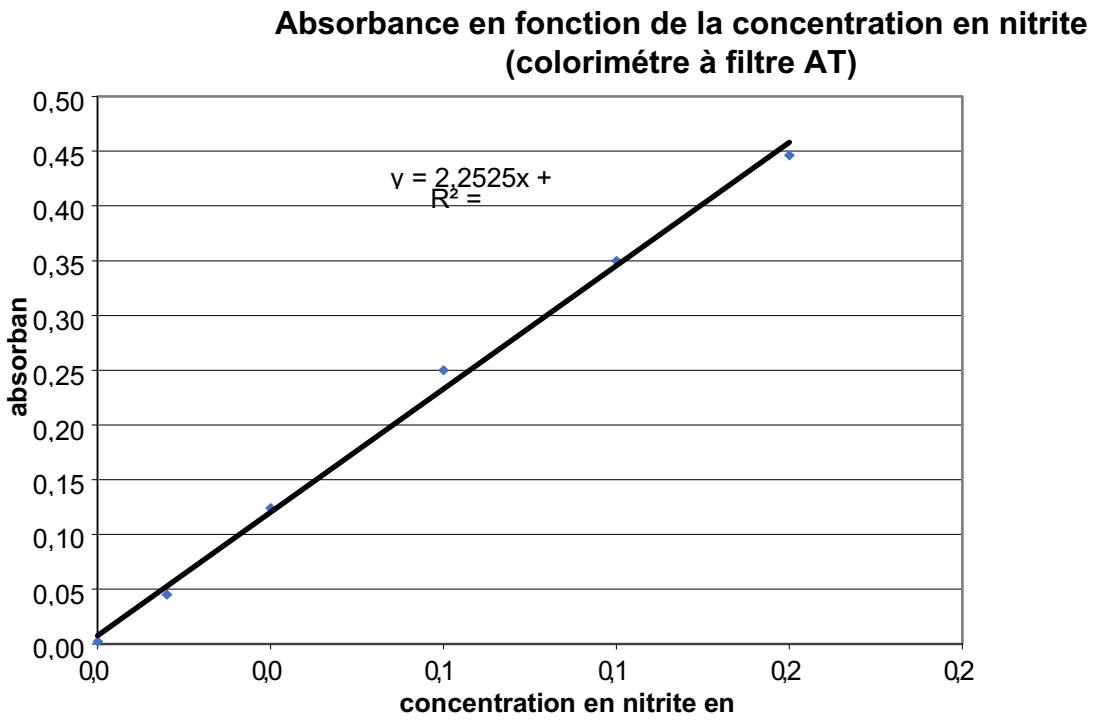


En utilisant les équations des droites obtenues on peut écrire :

$$C = \frac{(A - 0{,}0079)}{3{,}666}$$



$$C = \frac{(A - 0{,}0128)}{2{,}9219}$$



$$C = \frac{(A - 0{,}0076)}{2{,}2525}$$

Calcul de la concentration en nitrite en mg/kg :

C_N=concentration en nitrite en mg/kg

$$C_N = \frac{(C \times 1000)}{50}$$

Le tableau ci-dessous représente l'absorbance des solutions étalons en fonction de leurs concentrations pour les différents appareils utilisés.

n° fioles	concentration (mg/L)	A spectronic 88	A colorimètre 252	A colorimètre à filtre AT
T	0,000	0,010	0,005	0,002
1	0,020	0,080	0,070	0,045
2	0,050	0,189	0,161	0,124
3	0,100	0,380	0,320	0,250
4	0,150	0,550	0,450	0,350
5	0,200	0,745	0,590	0,446

Après avoir effectué la gamme étalon on a ensuite fait 5 fioles d'échantillon contenant 50 ml de surnageant d'un mélange d'eau et de terre, 1 ml de sulfanilamide et 1 ml de dichlorhydrate de 1Naphtylèthylènediamine.

Les échantillons ont eu le même traitement dans les mêmes conditions que les fioles étalon. Les tableaux ci-dessous représentent toutes les mesures effectuées pour les solutions d'échantillons de sol.

absorbance des échantillons pour les différentes méthodes

n° fiole	spectrophotomètre	colorimètre252	colorimètre AT
1	0,131	0,100	0,099
2	0,121	0,091	0,095
3	0,127	0,093	0,093
4	0,125	0,091	0,094
5	0,120	0,089	0,088

concentration en nitrite pour différente méthode (mg/L)

n° fiole	spectrophotomètre	colorimètre 252	colorimètre AT
1	0,0336	0,0298	0,0406
2	0,0309	0,0268	0,0388
3	0,0325	0,0274	0,0379
4	0,0319	0,0268	0,0384
5	0,0306	0,0261	0,0357

moyenne	0,0319	0,0274	0,0383
min	0,0306	0,0261	0,0357
max	0,0336	0,0298	0,0406

concordance spectro	5%
concordance colo 252	7%
concordance colo AT	6%

concentration en nitrite pour différente méthode (mg/kg)

n° fiole	spectrophotomètre	colorimètre 252	colorimètre AT
1	0,6716	0,5969	0,8115
2	0,6170	0,5353	0,7760
3	0,6498	0,5490	0,7583
4	0,6388	0,5353	0,7671
5	0,6116	0,5216	0,7139

moyenne	0,6378	0,5476	0,7654
min	0,6116	0,5216	0,7139
max	0,6716	0,5969	0,8115

concordance spectro	5%
concordance colo 252	7%
concordance colo AT	6%

Pour effectuer ces mesures on a utilisé un spectrophotomètre et deux colorimètres mais il est plus concluant de faire cette analyse avec un spectrophotomètre car on peut facilement régler la longueur d'onde au plus proche de la longueur d'onde maximale de travail pour une meilleure analyse. Malgré nos concordances trop élevées on retiendra finalement une concentration en nitrite d'environ 0,6378 mg/kg ce qui est un faible taux.

Il est important de savoir cette concentration d'un sol car il ne faut pas qu'il soit trop élevé, malgré qu'il soit bon pour les plantes, le nitrite et l'azote polluent nos nappes phréatiques.

Illustration 6: Gamme étalon (Photo Soum Dylan)

Illustration 7: Échantillon prêt à être analysé (Photo Soum Dylan)

*Spectrophotométrie : c'est une méthode de dosage par flux lumineux c'est-à-dire que l'on place à l'intérieur de l'appareil une cuve remplie d'échantillon (l'échantillon est souvent un complexe et il est tout le temps coloré) à analyser puis un flux lumineux d'une certaine longueur d'onde la traverse. La solution capte alors certaine couleur et en laisse passer d'autre. Le capteur détecte le flux lumineux qui n'a pas été retenu par la solution et indique l'absorbance. L'un des grands avantages du spectrophotomètre est que l'on peut sélectionner la longueur d'onde de travail avec une grande précision car la longueur d'onde est variable.

*Colorimètre : cette méthode de travail est similaire à la méthode de spectrophotométrie. Le seul paramètre qui diffère est que l'on ne peut pas utiliser la longueur d'onde maximale de travail car celle-ci n'est pas variable. Ce sont des filtres d'une certaine longueur d'onde que l'on place dans l'appareil.

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 du nitrite dans la terre par la méthode de Griess

1. Réactifs :

-Acide chlorhydrique dilué à 10% (en volume)
Prélever 16,7 mL à la burette de l'acide chlorhydrique à 37%
Les introduire dans une fiole de 100 mL et compléter jusqu'au trait de jauge.

-Solution de sulfanilamide
Dissoudre 1 g de sulfanilamide dans une solution d'acide chlorhydrique dilué à 10%. Compléter a 100 mL.

-Solution de NED à 0.1%.

-Solution mère d'azote nitreux à 100 mg/L.
Dessécher au préalable du nitrite de sodium pendant une heure à l'étuve à 105°C.

-Solution fille d'azote nitreux à 1 mg/L
Cette solution est à préparer chaque jour.

2. Mode opératoire :

Sous l'action de bactéries, l'équilibre entre l'ammoniaque, les nitrites et les nitrate peut évoluer rapidement. Aussi convient-il de procéder au dosage le plus rapidement possible après le prélèvement, en conservant les échantillons à 4°C.

Gamme étalon

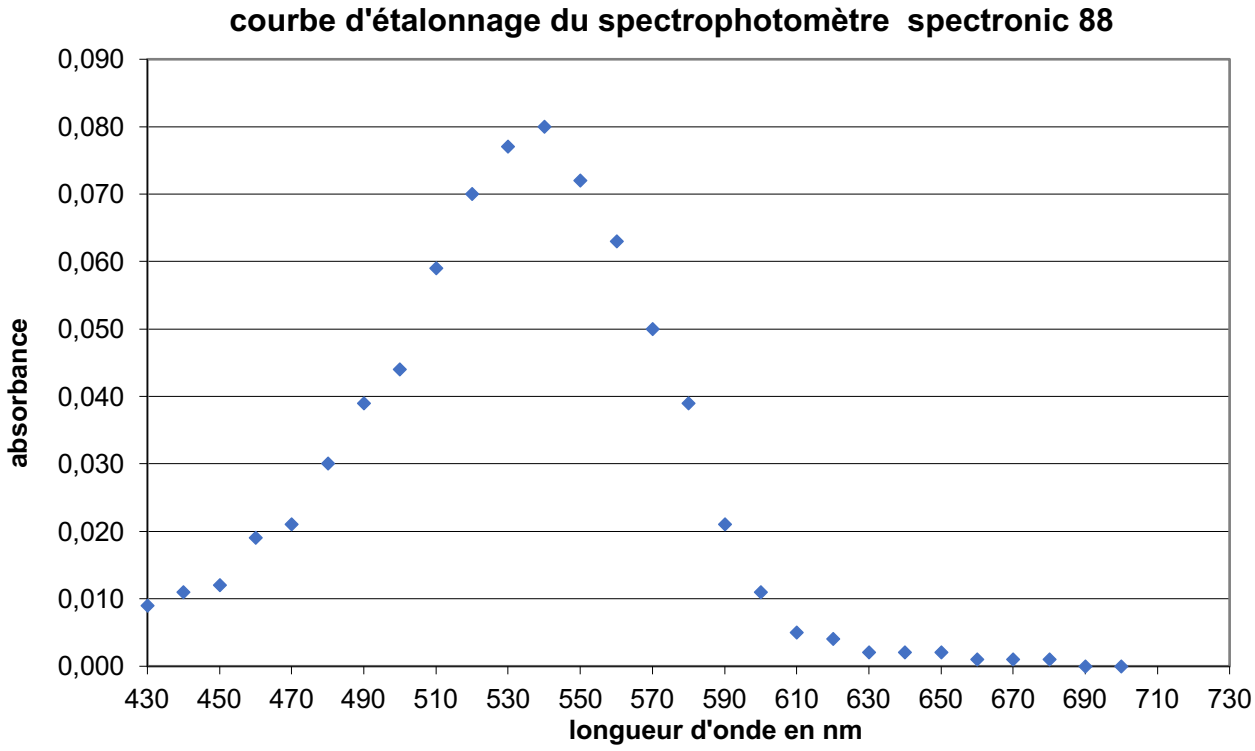
Dans une série de fioles jaugées de 50 mL numérotées, introduire successivement en agitant après chaque addition :

Numéro des fioles	Témoin	1	2	3	4	5
Solution fille étalon à 1 mg/L	0,0	1,0	2,5	5,0	7,5	10,0
Solution de sulfanilamide (mL)	1	1	1	1	1	1
Correspondance (mg/L)	0	0,02	0,05	0,1	0,15	0,2
Eau déminéralisée (mL)	Q.S.P : 50 mL					

-Agiter vigoureusement chaque fiole et laisser au repos 5 minutes,
-Ajouter dans chaque fiole 1 mL de solution de NED, homogénéiser,
-Laisser au repos 10 minutes,
-Effectuer les mesures au spectrophotomètre à la longueur d'onde de 540 nm. Régler le zéro de l'appareil avec de l'eau déminéralisée. Passer la gamme étalon et tenir compte de l'absorbance du témoin.
La coloration est stable deux heures.

Échantillon

-Peser 25 g de terre et dissoudre dans 500 mL d'eau déminéralisée dans une éprouvette.
-Centrifuger la quasi-totalité de la solution de terre pendant 7 min à 3000 tr/min.
-Compléter cinq fioles de 50 mL jusqu'au trait de jauge avec le surnageant récolté de la solution de terre.
-Introduire 1 mL de solution de sulfanilamide dans chaque fiole, agiter vigoureusement et laisser reposer pendant 5 minutes.
-Ajouter 1 mL de solution de NED dans chaque fiole, homogénéiser et laisser reposer pendant 10 minutes.
-Effectuer les analyses sur un spectrophotomètre à 540 nm de longueur d'onde.


courbe d'étalonnage du spectrophotomètre spectronic 88
absorbance
0,090
0,080
0,070
0,060
0,050
0,040
0,030
0,020
0,010
0,000
430 450 470 490 510 530 550 570 590 610 630 650 670 690 710 730
longueur d'onde en nm