



MÉTHODE	VERSION	DATE D'ENTRÉE EN VIGUEUR
S-II-II	4	10-12-2023
Détermination de l'azote nitrique et de l'azote ammoniacal dans les matières (produits organiques) utilisées sur ou dans les sols		

DESCRIPTIF		
Paramètres	azote ammoniacal azote nitrique	
Références normatives	CMA/2/IV/7	2013

DOMAINE D'APPLICATION	
Matrice	Matières utilisées sur ou dans les sols

1. Objet

La présente méthode de référence spécifie une procédure pour la détermination de l'azote nitrique et de l'azote ammoniacal dans les matières (produits organiques) utilisées sur ou dans les sols.

2. Procédure

2.1 Domaine d'application

La méthode est applicable aux matières (produits organiques) appliquées sur ou dans les sols pour la détermination de l'azote nitrique et de l'azote ammoniacal. Le principe est similaire à la méthode Devarda utilisée pour les engrais minéraux.

2.2 Définitions et abréviations

-



2.3 Principe

De l'oxyde de magnésium est ajouté en excès à l'échantillon. L'ammoniac est ainsi extrait, puis fixé dans une solution d'acide borique par entraînement à la vapeur. Un titrage à l'acide chlorhydrique, en présence d'un indicateur, permet de doser l'azote ammoniacal.

Les nitrates sont réduits en ammonium grâce à un alliage réducteur (alliage de Devarda). L'azote ammoniacal est ensuite fixé dans une solution d'acide borique par entraînement à la vapeur. Un titrage à l'acide chlorhydrique, en présence d'un indicateur, permet de doser l'azote ammoniacal.

La mesure peut également simplement se faire par spectrophotométrie manuelle ou avec un analyseur en flux continu.

2.4 Conditionnement et conservation de l'échantillon

Conformément à la procédure P-1, les échantillons sont conservés au frais dans une enceinte réfrigérée entre 2 et 8 °C, depuis l'échantillonnage jusqu'à l'analyse (maximum 5 jours de délai entre l'échantillonnage et l'analyse).

2.5 Appareillages et matériels utilisés

- mélangeur/ broyeur à couteau ;
- ballons Kjeldahl adaptés ;
- système d'entraînement à la vapeur ou analyseur en flux continu ;
- balance analytique : précision 0,1 g ;
- pHmètre et matériel nécessaire à la mesure du pH.

2.6 Réactifs utilisés

- oxyde de magnésium MgO en poudre ;
- alliage de Devarda : 45 % Al, 5 % Zn, 50 % Cu ;
- rouge de méthyle ;
- éthanol à 60 % ;
- bleu de méthylène ;
- acide borique H₃BO₃ ;
- acide chlorhydrique HCl 0,1 N ;
- nitrate d'ammonium NH₄NO₃ pour analyse ;
- eau déminéralisée de qualité 2 selon la norme ISO 3696 ;
- papier tournesol.

2.7 Préparation de l'échantillon

Les échantillons sont analysés sur frais pour éviter les pertes en azote ammoniacal et les transformations de



l'azote nitrique. Pour ces raisons, il est nécessaire de prélever une prise d'essai à partir d'un échantillon humide et homogénéisé.

Echantillon liquide ayant une teneur en matière sèche estimée à moins de 15 % : Les échantillons sont homogénéisés à l'aide d'un mélangeur avec vitesse de rotation réglable (différents systèmes peuvent être utilisés). En présence de résidus solides (résidus végétaux, pailles...), l'utilisation d'un broyeur à couteau est recommandée. L'objectif est d'obtenir un échantillon parfaitement homogène avant prélèvement de la partie aliquote à analyser.

Echantillon solide ayant une teneur en matière sèche estimée à plus de 15 % : Les échantillons sont homogénéisés à l'aide d'un broyeur à couteaux. L'objectif est d'obtenir un échantillon parfaitement homogène avant prélèvement de la partie aliquote à analyser.

Dans les deux cas, les manipulations seront rapides afin d'éviter tout échauffement de l'échantillon pouvant entraîner des pertes ammoniacales.

Les dosages d'azote ammoniacal doivent se faire le plus rapidement possible après réception des échantillons.

2.8 Préparation des réactifs

Solution de rouge de méthyle

Dissoudre 0,5 g de rouge de méthyle dans 1 litre de solution d'éthanol à 60 % d'éthanol dans l'eau déminéralisée (v/v).

Solution de bleu de méthylène

Dissoudre 1,5 g de bleu de méthylène dans 1 litre d'eau déminéralisée.

Solution indicateur d'acide borique

Dissoudre dans un ballon jaugé d'un litre 20 g d'acide borique (H_3BO_3) et laisser refroidir. Ajouter 10 ml de solution de rouge de méthyle et 2 ml de bleu de méthylène. Ajuster le pH à 4,6 (couleur rouge méthyl). Diluer à 1 litre et mélanger.

2.9 Mode opératoire

Détermination de l'azote ammoniacal : Peser environ 5 g d'échantillon homogénéisé (voir § 2.7) dans un ballon Kjeldahl de 250 ml ou tube Kjeldahl. Ajouter 0,5 g de MgO et entraîner à la vapeur jusqu'à distillation complète (vérifier à l'aide de papier tournesol).

Le distillat est récupéré dans un erlenmeyer contenant 10 ml d'acide borique. Titrer par de l'acide chlorhydrique 0,1 N. Le blanc se compose de 50 ml d'eau. Le contrôle du rendement d'extraction est effectué à l'aide de 50 ml d'une solution de 200 mg d' NH_4NO_3 par litre.

Détermination de l'azote nitrique : 50 ml d'eau distillée et 0,5 g de l'alliage de Devarda sont ajoutés au culot de



distillation de l'ammoniac, après refroidissement. Entraîner à la vapeur jusqu'à distillation complète (vérifier à l'aide de papier tournesol).

Le distillat est récupéré dans un erlenmeyer contenant 10 ml d'acide borique. Titrer par de l'acide chlorhydrique 0,1 N. Le blanc se compose de 50 ml d'eau. Le contrôle du rendement d'extraction est effectué à l'aide de 50 ml d'une solution de 200 mg d' NH_4NO_3 par litre.

Détermination par spectrophotométrie classique ou avec un analyseur à flux continu : Les échantillons sont préalablement dilués dans un rapport de 1/100 (m/v) dans de l'eau déminéralisée, mélangés, filtrés ou centrifugés pour être ensuite analysés. Le rapport peut être modifié en fonction de la concentration des échantillons.

2.10 Assurance qualité

Afin d'assurer la qualité de l'analyse, le personnel doit être formé à la tâche demandée et un maintien des compétences doit être réalisé régulièrement.

Les équipements doivent être vérifiés régulièrement, afin de s'assurer qu'ils puissent toujours répondre aux tâches demandées.

Un échantillon témoin et des solutions de contrôle sont régulièrement incorporés dans les séries d'analyse. En cas de problème, le laboratoire prendra les mesures appropriées.

2.11 Expression des résultats

Les teneurs en azote nitrique et ammoniacal sont exprimées en mg N/kg de matières brutes.

2.12 Rapport d'essai

Le rapport doit contenir au minimum :

- une référence au milieu extractif utilisé ;
- l'identification complète de l'échantillon de sol ;
- les précisions relatives au traitement préalable auquel l'échantillon a éventuellement été soumis ;
- les résultats du dosage conformément au point 12 ;
- les détails opératoires non prévus dans la présente méthode, ainsi que tout facteur ayant pu affecter les résultats ;
- une référence à la présente méthode de la Région wallonne.

3. Informations de révision

Les principales modifications apportées à cette procédure par rapport à la version précédentes sont :



Version précédente	Présente version
	Les échantillons sont conservés au frais en attente d'analyse pendant maximum 5 jours.
	Pas de dilution des échantillons pour faciliter l'homogénéisation (pour les échantillons ayant une teneur en matière sèche estimée à plus de 15 %).
	Titrage par de l'HCl 0,1N et non pas 0,01N.

4. Annexes

Sans objet