OFFICE DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE ET TECHNIQUE OUTRE-MER SERVICES SCIENTIFIQUES CENTRAUX - 70-74, route d'Aulnay LABORATOIRE COMMIN DE CHIMIE

ANALYSE DU PHOSPHORE DANS LES SOLS

I - PHOSPHORE TOTAL

- extraction, dosage volumétrique (page 3) et colorimétrique (page 7)

II - PROSPIORE ASSIMILABLE (page 14)

- Mithode THUOG (page 15)
- Methode CLSEN et JACKSON modifiée (page 18)
- Mithode JURET HEBERT (page 23)
- Mithode DYER (page 25)

III - FRACTIONNEMENT DES FORMES DU PHOSPHORE DU SOL (CHANG et JACKSON) (page 27)

IV - PROSPRORE CEGANIQUE (page 31)

V - DOSAGES AUTOMATIQUES - AUTOANALYSEUR TECHNICON (page 33)

- Kamifold Phosphore:
 - . Total
 - . TRIUG
 - .(CHANG of JACESON (OLSEN
 - . Mithode (citrique : DYER

(oxalate : JORET HEBERT

O.R.S.T.O.M. Fonds Documentaire

Nº : 5488

Cote : 13

ANALYSE DU PHOSPHORE DANS LES SOLS

Le phosphore est un élément très important, qui est souvent un facteur limitant de la production végétale, et jous un rôle spécifique dans le métabolisme chimique et biologique du sol.

Il convient de déterminer :

D'une part, les réserves en cet élément, c'està-dire le phosphore total.

D'autre part, la fraction facilement déplaçable ou encore phosphore assimilable,

Enfin, 11 est utile de fractionner les <u>différentes formes</u> sous lequel le phosphore existe dans le sol, pour faciliter l'interprétation des analyses précédentes, et mieux caractériser le sol.

10) PHOSPHORE TOTAL

A) Méthodes d'extraction

Différentes méthodes ont été proposées pour le dosage du phosphore total, certaines donnent réellement la totalité du phosphore contenu dans le sol, même si ce dernier renferme des minéraux primaires, d'autres sont plus conventionnelles, mais également plus simples d'emploi.

Ces méthodes sont : "

- la fusion alcaline,
- . l'attaque nitroporchlorique,
- . 1 attaque nitrique.

.. . A) Pusion alcaline

La fusion alcaline est la saule méthode donnant-réellement la totalité du phosphore.

Principe

Le sol est fondu à haute température dans un mélange de carbonate de sodium et potassium, qui détruit tous les silicates. Après Ivaion, le gulot est dissous dans une solution acide, et le phosphore est dosé dans cette solution.

Mode Opératoire

- 0,2 g à 1 g de sol finement broyé est placé dans un creuset de platine,
- ajouter 1 à 5 g de carbonate double de sodium et potassium (5 fois le poids du sol), mélanger soigneusement.
- Chauffer au rouge sur un bec Mecker pendant i heure, jusqu'à fusion complète et tranquille.
- Après refroidissement introduire le creuset et son couvercle dans un bécher de 250 ml contenant 50 ml d'acide sulfurique ou d'acide nitrique dilué, de concentration suffisante pour la neutralisation.
- Couvrir et laisser dissoudre.
- Piltrer et recueillir dans une fiole jaugée de 100 ml.
- Laver le filtre, et compléter à volume, avec de l'acide sulfurique N, ou de l'acide nitrique au 1/10.
- Faire un blanc avec 2 g de carbonate pur.
- N.B. On emploi l'acide nitrique dans le cas du dosage par volumétrie et l'acide sulfurique dans le cas du dosage par colorimétrie.

b) Attaque nitroperchlorique

- On opère l'attaque dans un bécher de 50 ml.
- On pase 1 g de terre finement broyée (0,2 mm), on ajoute 2 ml d'acide perchlorique pur (d = 1,61) et 10 ml d'acide nitrique pur (d = 1,38).
- Les béchers recouverts d'un verre de montre sont placés sur bain de sable à température douce (ne pas faire bouillir). L'attaque se poursuit pendant 6 à 6 heures jusqu'à départ des dernières vapeurs perchloriques.
- Après refroidissement le résidu blanchâtre est repris et lavé par une solution sulfurique normale (ou nitrique 1/10).

Le volume final est amené à 100 ml.

On opère en milieu sulfurique pour la colorimétrie, et nitrique pour la volumétrie (dans le cas de la volumétrie on peut être amené à doubler la prise de terre ainsi que le volume des liquides d'attaque).

c) Attaque nitrique

L'attaque à l'acide nitrique concentré et bouillant qui est l'ancienne méthode des stations Agronomiques Françaises, et pratiqués couramment dans les laboratoires des S.S.C. Bondy.

Technique d'attaque pour le dosage par volumétrie

Principa

Les différentes opérations sont les suivantes :

- Extraction par l'acide nitrique concentré et bouillant,

- Précipitation du phosphore à l'état de phospho-molybdate d'ammonium,

- Dissolution du précipité par un excès de soude,

- Titrage par l'acide sulfurique.

Réactifs

- scide nitrique concentré d = 1,4,
- ammoniaque 22º Baumé,
- solution de molybdate d'ammonium 150 g par litre.

Liquides de lavage :

- . Liquide acide, 10 g de nitrate de potassium R.P. dans 500 ml d'eau distillée, ajouter 20 ml d'acide nitrique, compléter à 1 litre.
- . Liquide neutre, 10 g de nitrate de potassium R.P. dans un litre d'eau contenant du bleu de bromophénol (couleur violette).

- soude N/5,

- acide sulfurique N/10 (exact),
- formol phtaléiné: 150 mg de phénolphtaléine dans 1 l de formol, neutraliser à la soude diluée amener au rose pâle (fabriquer avant l'emploi).

Mode opératoire

- Peser 5 g de terre finement broyée, placer dans un petit matras Kjeldahl de 150 ml,
- verser 30 ml d'acide nitrique concentré,
- recouvrir d'un entonnoir, faire bouillir pendant cinq heures au bain de sable à ébullition douce,
- laisser refroidir,
- rincer l'entonnoir avec de l'eau.
- filtrer sur filtre bleu Ø 125 mn, et recueillir les liquides dans un bécher de 400 ml.
- rincer plusieurs fois le matras, avec de l'eau chaude contenant 2 % d'acide nitrique,
- laver le filtre avec la même solution,
- ajouter 5 ml d'eau oxygénée électro (110 vol.) dans le filtrat pour détruire les matières organiques.

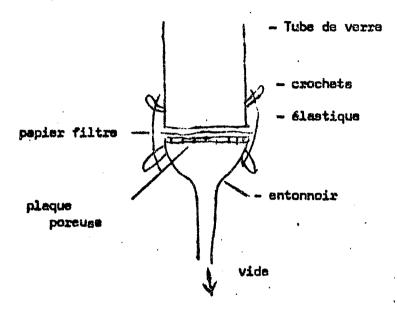
B) Dosage de l'acide phosphorique par volumétrie manuelle

Pour le dosage, le liquide ne doit pas contenir plus de 20 mg de phosphore. Dans de nombreux sols on peut opérer sur la totalité de l'extrait, dans d'autres cas il faut amener à volume et prélever une aliquote.

- Faire évaporer la prise au bain de sable ou plaque chauffante jusqu'à environ 20 ml (opérer dans une fiole à saturation de 250 ml).
- Ajouter 15 ml d'acide nitrique et 10 ml d'ammoniaque.
- Porter à l'ébullition.
- Retirer du fau : bien agiter pour éviter toute surchauffe.
- Verser goutte à goutte dans le liquide presque bouillant, 10 ml de la solution de molybdate d'ammonium, en évitant de faire couler le long des parois (utiliser une burette).
- Agiter 1 mn, et laisser reposer une nuit complète.

- Filtration.

La filtration peut s'opérer sur un petit filtre plat, mais de préférence sur un "microfiltre de Maume" placé sur une trompe à vide.



Le microfiltre de Maume facilite le lavage et permet de récupérer de très faibles quantités de précipité.

- Après décantation, laver le précipité dans la fiole avec le liquide de lavage acide, et le faire passer sur filtre, laver encore une fois la fiole avec le liquide de lavage acide.
- Laver le filtre avec le liquide de lavage neutre jusqu'à coloration bleue du bleu de bromophénol (le liquide de lavage coule jaune tant qu'il y a de l'acide en excès sur le filtre).
- Laisser égoutter complètement.
- Placer le filtre avec le précipité dans une fiole conique, ou dans le vase à précipiter, et ajouter 20 ml de soude N/5, remuer le filtre dans le liquide, jusqu'à dissolution complète du précipité.
 Si le précipité n'est pas dissous, rajouter 10 ou 20 ml de NaOH N/5.
- Ajouter 5 ml d'une solution de formol neutralisé contenant quelques gouttes de phénol phtaléine.
 Il faut rajouter 5 ml à chaque fois que l'on rajoute 20 ml de soude. Titrer l'excès de soude par l'acide sulfurique N/10.

Faire un blanc avec 20 ml de soude (multiplier le résultat par le nombre de prises de 20 ml nécessaires au dosage).

Calcul

Soit:

• nombre de ml de SO_4H_2 N/10 dans le blanc - nombre de ml de SO_4H_2 N/10 dans l'échantillon = X ml SO_4H_2 N/10.

$$P_2O_5$$
 en mg = H_3 x 0,2732.

Rapporter au poids de sol en tenant compte de l'aliquote éventuelle.

Exprimer en P205 % de sol.

Remarque

Le formol a pour but de bloquer l'ammeniaque sous forme d'hexaméthylène tétramine, pour éviter que l'acide sulfurique réagisse sur l'ammoniaque

$$6 \text{ CHOH} + 4 \text{ NH}_4 \text{OH} = \text{CH}_2 \text{O6N}_4$$

La formule de dissolution du complexe phosphomolybdique par la soude est la suivante :

$$2 \left[(NH_4)_3 PO_4 - 12 MOO_3 \right] + 52 NaOH - 2 Na2H PO4 + 24 Na2 MoO4 + 6NH3 + 28H2O$$

BIBLIOGRAPHIE

- LORENZ 1911 Dosage de P à l'état de phosphomolybdate. Osterreich chem. ZIg. pp. 1-12.
- SCHEFFER 1929 Dosage titrimétrique du précipité de phosphomolybdate en présence de formol et phénolphtaléine. Landw. Vers. Stat. Vol. CV, pp. 333-343.
- GOUZY 1967 Analyse des sols, eaux et végétaux du Centre ORSTOM de Immé. Ronéo ORSTOM

Matériel pour le phosphore total par volumétrie

- Bain de sable sur plaque chauffante réglable,

- Jeu de pipettes,

- Burette de 50 ml au 1/10ème ml,

- Burette à piston Metrohm de 20 ml,

- Ballons Kjeldahl de 150 ml,

- Entonnoirs de 30 mm Ø,

- Entonnoirs de 90 mm Ø - Supports - Filtres correspondants -

- Béchers de 400 ml.

- Vases à saturation de 250 ml pyrex,

- Verres de montre, diamètres conrrespondants,

- Entonnoirs à longue tige de Ø 50 mm - Supports - Filtres correspondants (filtration lente) ou tube à filtration et entonnoir à plaque perforée, pour filtrations sous vide (microfiltre de Maume vois croquis).

- Fiole à vide de 500 ml,

- Trompe à eau pour le vide.
 - C) Méthodes récentes de dosage du phosphore dans les extraits de sol

a) Principe de la colorimétrie directe

Le dosage volumétrique du phosphore est une opération assez longue, et n'a pas toujours une sensibilité suffisante.

Il existe une autre possibilité du dosage du phosphore par voie colorimétrique, qui consiste à réduire le complexe phosphomolybdique; cette réduction s'accompagnant d'une coloration bleue dent l'intensité est preportionnelle à la quantité de phosphomolybdate réduit, et en conséquence de phosphate présent dans le milieu.

Cette méthode appelée dosage céruléomolybdique a été signalée des 1887.

Le réducteur utilisé a été en premier lieu le chloruse stanneux (OSMOND-DENIGES).

Cette technique a été employée pour certains extraits par acides minéraux, en particulier dans la méthode de TRUOG, mais dans d'autres extraits les conditions d'acidité ou l'interférence de composés organiques étaient mal connus, et la volumétrie était utilisée de préférence.

les études de DUVAL L. (1962-1964) ont précisé les conditions d'emploi de la méthode céruléemolybdique dans différents

milieux et ont permis d'étendre le dosage colorimétrique direct à tous les extraits acides, alcalins, ou organiques.

Dans la méthode de DUVAL le réducteur utilisé est l'acide ascorbique, ce réducteur est utilisé à chaud (80°), et présente l'avantage de donner une coloration stable alors que le chlorure stanneux donne une coloration qui évolue rapidement avec le temps.

Par ailleurs, un excès d'acide ascorbique n'a pas d'effet nuisible et il permet d'éliminer l'action de certains ions génants comme le fer ferrique qui se trouve également réduit.

En ce qui concerne les rapports entre la concentration en molybdate et l'acidité du milieu, DUVAL définit un quotient :

$$R = \frac{Y}{\pi}$$

Y étant la concentration en molybdate en gramme par litre, et x étant la normalité sulfurique.

Sur un graphique il limite une zone de validité du dosage en fonction de x et Y.

Dans le cas des solutions acides, le rapport R est egal à 2, et correspond à un réactif contenant 20 g de MoO₃ dans un litre d'acide sulfurique 10 N $= \frac{20}{10} = 2$.

La dilution finale du réactif au moment du dosage doit être telle que l'acidité résultante soit comprise entre 1 N et 2 N, compte tenu de l'acidité ou de l'alcalinité de l'extrait.

En effet, pour une même quantité de molybdate, si l'acidité est trop faible, il se produit une coloration bleue due à la réduction du molybdate et sans rapport avec le phosphore.

Si l'acidité est trop élevée, il se produit un affaiblissement de la coloration.

Dans le cas de solutions à pouvoir inhibiteur (comme les solutions oxaliques ou citriques) le rapport R est de 3, soit 30 g de MoO3 dans un litre d'acide sulfurique 10 N, l'acidité

finale dans ce cas doit être au minimum de 2 N (par exemple 2 ml de réactif sulfomolybdique pour un volume total de 10 ml).

Suivant les cas, on fabrique donc deux solutions de réactifs :

- La première dite Solution A, contient 20 g de MoO3, soit 25 g de molybdate d'ammoniaque dans 1 L d'acide sulfurique de normalité 10 N.
- de molybdate d'ammoniaque dans un litre d'acide sulfurique 10 N.

La solution B est utilisée dans le cas de réactifs à pouvoir inhibiteur comme l'oxalate, dans tous les autres cas, c'est la solution A qui est utilisée.

BIBLIOGRAPHIE

DUVAL (L) - 1964 - 13 dosage ceruleomolybdique de l'acide phosphorique. Conditions de validité. Application à la détermination du phosphore total des sols (Science du Sol premier semestre, pp. 53-67).

b) Généralités sur les gammes étalons de phosphore

Solutions mères

Pour fabriquer des solutions étalons pour colorimétrie, on prépars d'abord des solutions stock concentrées à 5.000 ou 10.000 ppm de P205°

A partir des solutions stock on prépare des <u>solutions</u> mères moyennement diluées à 100 ou 50 ppm P₂O₅, puis des solutions mères très diluées à 20 ppm P₂O₅ - 5 ppm P₂O₅.

Ces solutions stock et solutions mères sont fabriquées à partir de phosphate monopotassique PO,H,K dont le poids moléculaire est de : 136,09 g (séché à l'étuvé à 105°).

Une moléculo contient 30,98 g de P et 70,98 g de $\frac{P_205}{2}$

Solutions stock

__A 10.000 ppm P205 _ 19,175 g.de P04H2K par litre.

5.000 ppm P205 = , 9,5865 g de PO4H2K par litre.

Solutions mères

à 100 ppm P₂O₅ (solution 10.000 diluée 100 fois - ou 10 ml dans 1 l d'eau) ou 0,1917 g de PO₄H₂K par litre d'eau.

50 ppm P₂O₅ (solution à 5.000 diluée 100 fois) ou 0,0958 g de PO₄H₂K par litre.

5 ppm P₂O₅ (solution 100 ppm diluée 20 fois ou 50 ppm diluée 10 fois).

Si l'on exprime les résultats en P:

Solutions mères

 $h = 0.2195 \text{ g } P0_4H_2K \text{ dans 1 litre},$

20 ppm P = 0,0878 g PO_4H_2K dans 1 litre,

2 ppm P = solution à 20 ppm diluée 10 fois.

Les résultats sont exprimés en P₂O₅ ou P, suivant les auteurs ; il est facile de passer d'une expression à l'autre :

$$\frac{P_2O_5}{2} = 71$$
 $\frac{P_2O_5}{2} = 2.3 P$ $P = 31.$

L'unité généralement employée est le ppm (partie pour million) correspondant à une concentration de 1 mg par litre ou 1 y par ml.

Gammes étalons

Il y a doux types de games étalons :

- Celles que l'on fabrique au moment de l'emploi dans le cas de la colorimétrie manuelle.
- Celles que l'on fabrique en grande quantité à l'avance dans le cas des dosages automatiques.

Pour les gammes au moment de l'emploi, on peut verser des quantités variables de solution mère diluée dans les tubes de colorimétrie, par example :

0,1-0,2-0,3-0,4.... 1 ml de solution à 20 ppm de P correspondant à 2-4-6-8.... 20 % de P dans la prise. Puis on ajoute les divers réactifs de façon que les solutions à doser et les solutions étalons aient un volume identique et connu permettant de déterminer la concentration en P dans ce volume.

Pour les solutions préparées à l'avance, on choisit une série de concentrations correspondant à la variation moyenne des solutions d'extrait.

Si l'on traite un poids donné de sol par 50 ou 100 ml de solution d'extraction, les concentrations de la gamme étalon seront exprimées en 8 de P ou P₂O₅ dans 50 ml ou 100 ml de façon à être rapportées sans calcul au poids de sol. S'il s'agit d'1 g de sol, les résultats sont exprimés immédiatement en ppm de P ou P₂O₅ par rapport au sol.

On préparera par exemple plugieurs flacons de 200 ml de solutions correspondant à une échelle de 2 à 200 Å P dans 50 ml.

Au cours du dosage c'est la hême quantité d'étalons et de solutions à doser qui sont comparés (entre 1 et 5 ml), les solutions étalons peuvent servir un grand nombre de fois.

D) Dosage du phosphore total par colorimétrie manuelle

Princips

Le sol est attaqué à l'ébullition par l'acide nitrique concentré, après attaque l'acide nitrique en excès est éliminé par évaporation, le phosphore dissous dans l'acide sulfurique est dosé par colorimétrie.

<u>Réactifs</u>

- Acide nitrique d = 1,38,
- Acide sulfurique pour toxicologie :
 . SO₄H₂ N = 28 ml pour 1 l d'eau.
- Réactif sulfomolybdique Solution A (de DUVAL)
 - . 25 g de molybdate d'ammonium dans 100 ml d'eau, . 280 ml d'acide sulfurique pur dans 300 ml d'eau.
 - . Refroidir, verser le molybdate dans l'acide, compléter à 1 l.
 - . Conserver en flacon coloré.

- Solution d'acide ascorbique:
 6 g dans 1 l, se conserve un mois.

Mode opératoire

- Peser 1 g de terre (tamis 0,2). Placer dans un bécher de 100 ml.
- Ajouter 10 ml d'acide nitrique pur ; recouvrir d'un verre de montre.
- Attaquer pendant 5 heures sur plaque chauffante à ébullition lente (éviter l'évaporation).
- Après 5 heures d'attaque, amener à sec (100 105°).
- Reprendre le résidu par l'acide sulfurique normal (environ 50 ml).
- Filtrer sur filtre gris durci.
- Recueillir le filtrat dans une fiole jaugée de 100 ml, laver le bécher et le filtre avec l'acide sulfurique N, compléter à 100 ml avec l'acide sulfurique N.

Dosage

- Prélever 1 à 5 ml de solution (maximum 6,5).
- Verser dans un tube à essai pyrex de 20 ml.
- Ajouter i ml de réactif sulfomolybdique.
- Compléter à 10 ml avec la solution d'acide ascorbique (soit 8 ml pour 1 ml de prise, ou 4 ml pour 5 ml de prise).
- Homogénéiser.
- Placer 10 mm au bain-marie à 80° (poser des bouchons sur les tubes sans les enfoncer).

- Constituer également une gamme étalon dans les mêmes conditions en versant dans des tubes : 0,1 0,2 0,3 0,4 0,5 0,6 1 ml de solution à 20 ppm de P, correspondant à : 2 4 6 8 10 12 20 % de P dans chaque tube.

 Ajouter 1 ml de réactif sulfomolybdique, compléter à 10 ml par l'acide ascorbique.
- Après refroidissement des tubes, colorimétrer à 650 mp.

Calcul

La colorimétrie indique X 8 de P dans le tube, soit X 8 P dans la prise d'essai - soit V ml.

Pour 100 ml, on a $\frac{X}{V}$ x 100 correspondent à 1 g de terre.

ppm de P dans le sol = $\frac{X \times 100}{V}$

$$P_2O_5 \% = ppm P \times \frac{71}{31}$$

Autre méthode (utilisée en colorimétrie manuelle et automatique)

Fabriquer une solution mère de 20 de P par ml, soit 0,0878 g de phosphate monopatassique dans 1 litre d'acide sulfurique N.

Gamme étalon

Verser 1 ml -2 ml -4 ml -8 ml -12 ml -16 ml -20 ml -24 ml -28 ml -32 ml, dans des fioles de 100 ml correspondant à :

20% - 40% - 80% - 160% - 240% - 320% - 400% - 480% - 560% - 640%. Compléter à 100 ml avec 50_4 H₂N.

Les quantités de P dans 100 ml correspondent à la teneur en P dans le sol en ppm (1 g dans 100 ml).

Dosage manuel

Opérer comme précédemment avec les quantités auivantes : (dans un tube à essai pyrex de 25 ml)

- Prélever 4 ml de solution (extrait ou étalon),
- ajouter 2 ml de mélange sulfomolybdique solution A,
 5 ml d'acide ascorbique,
- compléter à 20 ml avec de l'eau
- chauffer 10 mm bain-marie à 80°.
- après refroidissement colorimétrer à 650 mu.

Entre 20 et 640 ppm de P, le dosage donne directement la teneur en phosphore dens le sol.

Dosage automatique

, Pour le dosage automatique, verser les solutions à doser et les solutions étalons dans les godets de l'autoanalyseur ; voir plus loin le plan de montage pour le "menifold" du phosphore total.

BIBLIOGRAPHIE

DABIN (B) - 1965 - Application des dosages automatiques à l'analyse des sols, lère partie, Cahiera ORSTOM, série Pédologie, III, n° 4, 349 p.

2°) PHOSPHORE ASSIMILABLE

A) Principe de l'extraction

Le phosphore "assimilable" est une forme du phosphore du sol aisément utilisable par les plantes, et que l'on extrait par des solutions plus ou moins diluées de réactifs appropriés.

Certains auteurs ont préconisé un extrait à l'eau, mais les teneurs sont généralement très faibles.

En plus du phosphore soluble à l'eau, le phosphore se trouve sous forme d'ions PO₄——, adsorbé ou précipité sur les colloïdes minéraux du sol, par l'intermédiaire des ions aluminium, fer ou calcium, qui tepissent les surfaces extérieures des argiles, il peut être également précipité sur les hydroxydes ou le carbonate de calcium, enfin il peut former des complexes mixtes PO₄——, humus, mátal.

- Les solutions d'acides faibles sont susceptibles de déplacer l'ion PO4-- de ses liaisons avec le calcium, mais n'empêchent pas la fixation per les hydroxydes.

- les solutions alcalines déplacent les ions PO₄--- des liaisons avec les hydroxydes par échange entre les ions PO₄--- et les ions hydroxyles OH-, mais agissent peu sur les liaisons calciques.
- les complexants organiques ou minéraux, tels que l'acide citrique, ou l'oxalate d'ammonium, ou le fluorure d'ammonium, déplacent les ions PO₄--- fixés sur différents cations, sèlon leur pouvoir spécifique de complexation.
- l'acide citrique complexe surtout le fer et déplace modérément le calcium.
- l'oxalate d'ammonium complexe l'aluminium et très fortement le calcium.
- le fluorure d'ammonium complexe très fortement l'aluminium.

Suivant la nature des sols, ces divers réactifs ont été utilisés avec plus ou moins de succès, on fabrique maintenant des réactifs mixtes qui agissent sur une gamme étendue de sols.

Interprétation des résultats

Dans chaque cas, il faut dresser une échelle de corrélation entre les teneurs en phosphore dosées, et les résultats culturaux, en effet, chaque plante peut réagir différemment en fonction de ses besoins propres, de son système racinaire, et de la présence des autres éléments en particulier de l'azote.

B) Différentes méthodes de dosage

a) Méthode de TRUOG

Cette méthode est très utilisée en pays tempérés, Europe et Etats-Unis sur des sols faiblement acides, neutres ou faiblement calcaires.

Principe

La méthode TRUOG est basée sur l'emploi d'un acide très dilué, acide sulfurique 0,002 N, sa capacité est accrue par l'addition de sulfate d'ammonium à raison de 3 g par litre qu'.

tamponne la solution à pH = 3, permettant de conserver le pouvoir de dissolution en présence des carbonates. Par ailleurs le rapport sol est de 1 limitant ainsi la refixation des phosphates solution 200 dissous.

Réactifs

Solution d'extraction - acide sulfurique 0,002 N à pH = 3.

- Partir d'une solution de SO₄H₂ N/10, prélever 20 ml et diluer dans 1 litre d'eau.
- Tamponner ce réactif à pH = 3, en ajoutant par litre de solution 3 g de sulfate d'ammonium.

Molybdate d'ammonium - solution A.

- Dissoudre 25 g de molybdate d'ammonium dans 200 ml d'eau à 60°, filtrer si nécessaire.
- Diluer 280 ml d'acide sulfurique concentré (SO₄H₂ pour toxicologie, exempt d'arsenic et de phosphore) à 700 ml.
- . Après refroidissement, verser lentement la première solution dans la deuxième, ajuster à 1 litre.

Cette solution s'appelle Solution A (25 g de molybdate par litre d'acide sulfurique 10 N), elle sera utilisée pour d'autres méthodes.

Acide ascorbique - 6 g dans 1 litre.

Solution étalon

- Dissoudre 0,1917 g de PO,H,K dans 1000 ml d'eau distillée (ajouter une goutte de chioroforme).
- 1 ml de cette solution correspond à 0,1 mg de P_2O_5 , soit 100 ppm de P_2O_5 ou 100 % par ml.
- A partir de cette solution, faire une autre solution à 5 ppm de P_2O_5 en diluant 20 fois la première.

Gamme étalon

Prendre 8 fioles de 200 ml, et verser :

1 - 2 - 5 - 7 - 10 - 15 ml de solution à 5 ppm dans les 6 premières,

soit respectivement, 5-10-25-35-50-75 et, 1-2 ml de solution à 100 ppm dans les 2 dernières, soit 100-200 700 100

Compléter à 200 avec de la solution d'extraction.

Pour une prise de 1 g de sol dans 200 ml d'extrait, ces chiffres correspondent directement à la teneur du sol en ppm de P_2O_5 .

Mode oépratoire - extraction -

- Peser 2 g de terre fine, placer dans un flacon de 750 ml.
- A Ajouter 400 ml de la solution d'extraction.
- B Agiter 30 mm à l'agitateur mécanique.
- C _ Filtrer sur papier et rejeter le filtrat jusqu'à ce qu'il devienne limpide.

Les opérations A-B-C - doivent se faire sans arrêt pour éviter la fixation secondaire de P_2O_5 sur le sol.

Conserver le filtrat dans une fiole de 500 ml, boucher.

Colorimétrie manuelle

On utilisait anciennement la colorimétrie après réduction au chlorure stanneux.

A présent, il est préconisé la colorimétrie après réduction à l'acide ascorbique.

Dans des tubes à essai de 20 ml en pyrex, verser :

- 7 ml de solution d'extrait,
- 1 ml de mélange sufomolybdique,
- 2 ml d'acide ascorbique.

Agiter, recouvrir les tubes d'une capsule de caoutchouc. Porter au bain-marie à 85° pendant 10 mm. Opérer dans des conditions identiques avec la gamme étalon. Laisser refroidir. Colorimétrer à 660 mu.

Colorimétrie automatique

Verser directement les solutions d'extrait et les solutions étalon dans les godets et l'autoanalyseur (voir plus loin la réalisation du "manifold".

BIBLIOGRAPHIE

- TRUOG (E) 1930 The determination of the readily available phosphorus of soils. J. Ann. Soc. Agron. 23, pp. 874-882.
- DABIN (B) 1965 Applications des dosages automatiques à l'analyse des sols, 1ère partie. Cahiers ORSTOM, pédologie, 1965, III, nº 4, 357 p.
- b) Méthode d'analyse des sols tropicaux Bondy 1967 (modification des méthodes OLSEN et JACKSON)

Principe

Le phosphore est extrait par un réactif mixte, constitué d'un mélange de bicarbonate de sodium et de fluorure d'ammonium, tamponné à pH 8,5.

Il y a une action conjugée des anions CO3H, F, et OH, sur les différentes formes échangeables de l'anion PO, liées aux ions Ca++, Al+++ et Fe+++. Dans les sols neutres, les résultats sont identiques à ceux de la méthode TRUOG, mais dans les sols acides ou calcaires il sont supérieurs et plus représentatifs de la richesse en phosphore assimilable.

Réactifs

Réactif d'extraction

Bicarbonate de Na 0,5 N) pH 8,5. Fluorure d'ammonium 0,5 N (pH 8,5.

- : PM 84,02/ pas d'eau de cristallisation / perd CO2 à CO₃NaH 270° C.
 - $0.5 N = 42.01 \epsilon/1$
 - . Sécher une nuit à l'étuye (à basse température, sinon
 - risque de décomposition).

 Peser 42,01 g de sel sec pour 1 litre de solution.

 Les introduire dans un bécher jaugé et dissoudre dans

900-950 ml d'eau distillée.

FNH₄

: PM 37,04, sel plus ou moins deliquescent mais ne pouvant être séché à l'étuve, car il se sublime.

- : 0,5 N : 37,04/2 18,52 g/l.
 Peser 18,52 g, les ajouter à la solution contenant déjà CO₂NaH.
- . Porter le mélange sous pH mètre réglé à 8,5 au moyen
- d'un tampon de valeur la plus voisine possible.

 Ajuster le pH du mélange à pH 8,5 par addition de NaOH ## 2 N ou par insufflation de CO2 (environ 62 ml de soude pour 1 litre).

. Ajuster le volume à 1 litre.

Nota : Solution à utiliser de préférence immédiatement après préparation. Ne pas stocker plus d'i mois et alors toujours en flacon plastique avec nouveau contrôle du pH au moment de l'emploi.

Extraction et purification de l'extrait

Extraction

Opérer sur 1 g de sol broyé à 0,5 mm environ dans un mortier de porcelaine.

- Attention Etant donné la "petitesse" de la prise, il y aura lieu lors de la pesée :
 - 1°) de bien homogénéïser le contenu de la bolte d'échantillon,
 - 2º) partir de 10 g environ, et prélever en effectuant de nombreuses petites prises dans l'ensemble de l'échantillon, broyer ces 10 g avant la pesée de

Introduire la prise dans un tube de centrifugeuse en nylon de 100 ml, ajouter (jaugeur HERON ou pipette 1 trait) 50 ml de réactif d'extraction (mélange CO3NaH et FNH4 à pH 8,5 - 0,5 N pour chaque sel).

Boucher (bouchon caoutchouc). Agiter une heure sur agitateur va et vient.

Déboucher (ne pas rincer le bouchon). Centrifuger énergiquement - 5 minutes à 4.500 tours/minutes. Poser les tubes de centrifugeuse, sans les perturber, sur des petits valets ou dans des béchers.

Prelever avec une pipette préalablement rincée avec du liquide centrifugé, 20 ml de l'extrait. Introduire la prise dans un tube de centrifugeuse en nylon de 50 ml (bien sec à l'origine).

Purification de l'extrait - Ajustage de l'acidité

Ajouter 23 gouttes de SO₄H₂ pur à l'aliquote (pH final $\neq\neq$ 2).

Opérer goutte à goutte en agitant à la main, laisser bien dégager le CO2.

Poser le tube sur un support, et laisser floculer la matière organique.

Filtrer sur un petit filtre plat (\emptyset = 90 mm), sans cendres, lent (paquet bleu), posé sec dans l'entonnoir.

Recueillir le filtrat dans une petite fiole en polyéthylène bien sèche. Ne pas laver le filtre.

Boucher et stocker en attendant d'avoir une série suffisante pour passer en colorimétrie manuelle ou à l'auto-analyseur Technicon.

Les fioles doivent rester au repos au moins 24 heures avant le dosage. (En ce qui concerne le dosage autoanalyseur, utiliser le "manifold" prévu pour les formes du phosphore (CHANG et JACKSON), pour la colorimétrie manuelle, voir ci-dessous).

Préparation de la gamme

Réactif de "ford" : identique au réactif d'extraction.

Solution étalon de P205 à 50 gamma P205/ml.

Sel étalon -
$$PO_4H_2K$$
 | PM = 136.09 - PF° : 252.6°C sans décomposition. | P = 30.98 | P205 = 141.96 P205/2 = $\frac{141.96}{2}$ = 70.98.

Sécher PO4H2K une nuit à l'étuve 105°C.

Refroidir en dessicateur.

Solution mère à 5.000 gamma P_2O_5/ml (ou 5 mg/ml ou 5 g/litre).

 $\frac{136.09 \times 5}{70.98} = 9.5865 g de PO_4H_2K/litre.$

Peser les 9,5865 g de PO₄H₂K sec et les introduire dans une fiole jaugée d'un litre.

Dissoudre avec 800 ml d'eau distillée (retournements - brassage).

Ajuster à un litre. Bien mélanger (au moins 10 retournements).

Solution étalon proprement dite (50 gamma P205/ml)

Avec une pipette de précision de 10 ml préalablement rincée avec la solution mère, prélever 10 ml de cette solution mère.

Les introduire dans une fiole jaugée bien propre de un litre (rincée avec NO₃H concentré, puis plusieurs fois à l'eau distillée).

Ajuster à un litre avec H₂O distillée. Bien mélanger (au moins 20 retournements).

<u>Distribution de la solution étalon</u> (Préparation et stockage de la gamme)

Au moyen d'une burette de précision (50 ml), distribuer dans des béchers de 100 ml, F.B., bien propres et numérotés de 1 à X, les quantitées de solution étalon indiquées au tableau ligne X. (remplir et réajuster au zéro chaque fois).

Amener les béchers à sec sur plaque chauffante sans aller au-delà. Laisser refroidir.

Redissoudre le contenu de chaque bécher au moyen de réactif de "fond" (4 ou 5 portions) en décantant dans une fiole jaugée de 200 ml de numéro identique à celui du bécher (utiliser un agitateur pour guider la décantation). Veiller à ce que la première portion de réactif de fond dissolve entièrement les sels amenés à sec dans le bécher, les autres portions ne constituent que des rinçages).

Amener au trait de jauge. Agiter et retourner énergiquement plusieurs fois de suite.

Transvaser en fiole polyéthylène propre et sèche, immédiatement - le FH libre en solution risquerait d'attaquer le verre - (donc opérer fiole par fiole en allant le plus vite possible).

Fiole no	I	II	III	IV	V	VI	VII	VIII	IX	Х
% de P ₂ O ₅ dans				V						
50 ml ou ppm P ₂ 0 ₅ dans le sol.	0	20	50	90	140	200	270	340	420	500
	-									
ml de solution de PO ₄ H ₂ K à 50 ppm dans 200 ml.	0	1,6	4	7,2	11,2	16	21	27,2	33,6	40

On peut fabriquer aussi des solutions à 5 et 10 dans le cas de sols pauvres.

<u>Acidification</u>

En même temps que les échantillons, prélever 20 ml de solution de chaque gamme étalon et acidifier par 23 gouttes d'acide sulfurique concentré. Bien agiter. Colorimétrer après 24 heures de repos. (Conserver en petites fioles de polyéthylène,

Méthode de dosage colorimétrique manuelle

Réactifs

Mélange sulfomolybdique

25 g de molybdate d'ammonium. 280 ml d'acide sulfurique pur (pour toxicologie) - Pour 1 litre d'eau : dissoudre,

. 25 g de molybdate dans 100 ml d'eau,

. 280 ml d'acide sulfurique dans 300 ml d'eau. Refroidir. Verser le molybdate dans l'acide. Compléter à 1 litre.

Acide borique 0,8 M

50 g. d'acide borique dissout dans l'eau, en chauffant, amener à 1 litre.

Acide ascorbique

10 g. par litre.

Opérer dens des tubes d'essai de 20 - 25 ml en pyrex

- Prélever 5 ml de solution
- Ajouter : 2 ml d'acide borique,
 - 1 ml de mélange sulfomolybdique,
- Compléter à 10 ml avec l'acide ascorbique (soit 2 ml),
- Chauffer pendant 10 mn au bain-maris à 80°
- Boucher les tubes, laisser refroidir

(pour des raisons pratiques, on peut doubler tous les volumes)

Opérer dans les mêmes conditions avec la gamme étalon, colorimétrer à 665 mp.

Méthode de dosage automatique

Verser solutions et étalons dans les godets de l'autoanalyseur Technicon "manifold" identique à celui des "formes du phosphore" (voir plus loin).

BIBLIOGRAPHIE

ALBAN (L.A.), VACHAROTOYAN (S), JACKSON (T.L.) - 1964 - Phosphorus availability in raddish brown lateritec soils. - 1 Laboratory studies Agron. J. vol. 56, n°6, pp. 555-558.

DABIN (B), - 1967 - Application des dosages automatiques à l'analyse des sols. 3ème partie, cah. DRSTOM, Pédologie, vol. V, n° 3, 1967, 277 p.

c) Méthode employée dans les sols des régions tempérées

c.) Méthode JORET HEBERT

Cette méthode est très employée dans les stations agronomiques françaises.

<u>Principe</u>

L'extraction est effectuée à froid par une solution d'oxalate d'ammonium neutre. Le dosage est effectué par colorimétrie d'après le technique de DUVAL.

Réactifs - Solution d'extraction

a) Oxalate d'ammonium neutre N/5,

Peser 14,2 g d'oxalate d'ammonium, dissoudre à chaud, ajouter de l'eau jusqu'à 950 ml, ajuster à pH = 7, avec de l'ammoniaque N/10, jauger à 1000 ml.

b) Acide ascorbique,

Solution à 1,5 g par litre.

c) Réactif sulfomclybdique (solution B de DUVAL),

Melybdate d'ammonium 37,5 g, dissoudre à chaud dans 200 ml d'eau,
Acide sulfurique : 280 ml dans 700 ml d'eau, verser le molybdate dans l'acide compléter à 1000 ml avec de l'eau.

Solutions étalons

Fabriquer une solution à 1000 % ml de $P_2^0_5$, en partant de phosphate monopotassique (1,9175 g dans 1 l.).

Verser 1, 2, 5, 10, 15, 20, 30, 40, 50, 60 ml de cette solution, dans des fioles de 1 l., compléter avec la solution d'oxalate d'ammonium N/5 à pH=7.

Ces solutions contiennent :

1, 2, 5, 10, 15, 20, 30, 40, 50, 60 Y de P₂0₅ par ml.

Pour 1 g de sol dans 25 ml de solution, ces concentrations correspondent à 0.025-0.05-0.125-0.250-0.375-0.500-0.750-1.000-1.250-1.500 en % de P_20_5 dans le sol.

Extraction

Peser 4 g de terre fine, Ajouter 100 ml d'oxalate d'ammonium N/5 à pH = 7, Agiter mécaniquement pendant 2 heures. Filtrer.

Colorimétrie manuelle

Dans des tubes à essai pyrex, verser :

- 2 ml de solution d'extrait,
 2,5 ml de mélange sulfomolybdique (solution B),
- . 10 ml d'acide ascorbique à 1.5 %.

Porter au bain-marie 10 mm à 85°, colorimétrer à 665 mu. Opérer avec les mêmes quantités de gamme étalon. (Cette méthode n'est pas très sensible pour les extraits très pauvres en phosphore).

BIBLIOGRAPHIE

JORET (G), HEBERT (J) - 1955 - Contribution à la détermination du besoin des sols en acide phosphorique. Ann. Agr. A, n° 2, 233 p.

c2) Méthode DYER

Cette méthode peut être utilisée dans les sols tempérés non calcaires et dans les sols tropicaux relativement riches en phosphore.

Les résultats sont cependant plus faibles que ceux donnés par la méthode Bondy (fluorure - bicarbonate).

Principe

L'extraction est effectuée avec une solution d'acide citrique à 2 %.

L'acide phosphorique est dosé colorimétriquement par la technique de DUVAL.

(Seules les terres ayant moins de 2 % de CO3 Ca peuvent être analysées par cette méthode).

Réactifs

Réactif d'extraction

Acide citrique 20 g, Eau distillée 1000 ml.

Acide ascorbique

1,5 g par litre.

Réactif sulfomolybdique (solution A)

25 g de molybdate dans acide sulfurique 10N.

Gamme étalon

On fabrique une gamme allant de 4 $\sqrt[3]{a}$ 200 $\sqrt[3]{de}$ P₂0₅ par ml dans la solution d'acide citrique à 2 %.

Extraction

Peser 10 g de terre, Agiter 4 heures dans 50 ml d'acide citrique à 2 %, Laisser reposer 16 heures, Agiter de nouveau 4 heures, Filtrer ou centrifuger.

Dosage colorimétrique

Mettre dans un tube pyrex de 20 ml :

2 ml de solution d'extrait, 2,5 ml de mélange sulfomolybdique, 10 ml d'acide ascorbique (à 1,5 %), Porter au bain-marie 10 mn à 85°, Colorimétrer à 665 mµ, (Traiter la gamme étalon dans les mêmes conditions).

Cela permet de doser de 0,020 % à 1 % de P_2O_5 dans le sol.

Pour le dosage automatique des extraits oxaliques et citriques, voir "manifold" - plus loin.

BIBLIOGRAPHIE

DYER (B) - 1927 - Z. Planz Dimg. B. VI, 163.

3°) FRACTIONNEMENT DES FORMES DU PHOSPHORE DU SOL.

Technique d'analyse rapide d'après la méthode de CHANG et JACKSON.

Princips

Le fractionnement des différentes formes de phosphore existant dans le sol s'effectue en traitant successivement un même échantillon par des solutions de nature et de concentration différentes, dont chacune extrait une forme particulière de phosphore.

Des essais ont été réalisés par JACKSON sur des phosphates de composition connue, à l'état pur. Même si les formes existant dans le sol sont différentes de ces orthophosphates purs, les différentes fractions extraites sont en relation avec la composition du sol, son pH, sa richesse en hydroxydes et en calcium, et fournissent des renseignements très intéressants sur la nature et la quantité des ions phosphoriques plus ou moins liés aux différents éléments de fixation - en particulier le calcium, le fer, et l'aluminium -

- Le phosphore existant à l'état soluble est extrait par le chlerure d'ammonium (il s'agit généralement de la fraction soluble du phosphate de calcium).
- → Le phosphore lié à l'aluminium est extrait par le fluorure d'ammonium à pH = 7.
- Le phosphore lié au fer et fraîchement précipité est extrait par la soude diluée.
- Le phosphore lié au calcium est extrait par l'acide sulfurique dilué (il s'agit de la fraction peu soluble de phosphate de calcium).
- Une forme beaucoup plus rétrogradée, appelée phosphate de fer d'inclusion, est extraite par réduction au dithionite de sodium.

D'autres fermes, comme la forme organique, peuvent être également extraites, mais on peut les obtenir par différence avec le phosphore total. (par fusion).

La méthode d'origine de JACKSON a été rendue beaucoup plus rapide en utilisant la technique de dosage colorimétrique de DUVAL pour les différents extraits.

Détails de la technique

Chlorure d'ammonium N
. 53.5 g par litre d'eau.

Fluorure d'ammonium 0,5 N à pH = 7
. 18,5 g de FNH₄ par litre d'eau.

Avant ajustage à volume, amener à pH = 7, avec de l'ammoniaque au 1/3. Conserver en flacon de polyéthylène

Soude 0.1N -4 g pour 1 1 d'eau.

Acide sulfurique 0.5 N . 14,5 ml (SO₄H₂) pour 1 l d'eau (qualité pour toxicologie)

Chlorure de sodium saturé . 400 g par litre d'eau.

Réactif sulfomolybdique . Solution A diluée deux fois.

125 g de molybdate d'ammonium par litre de solution sulfurique de normalité 5 N (en vue du dosage automatique) - Pour le dosage manuel, utiliser la solution A à 25 mg de molybdate dans l'acide sulfurique 10 N.

Acide ascorbique
. 10 g par litre.

Gamme étalon

On fabrique une solution à 50 % ml de P (0,2195 g de PO4H2K dans | litre) et une solution à 2 % ml de P en diluant 25 fois la première.

Les solutions étalons sont les suivantes :

de P dans 50 ml	0	2	4	8	16	40	100	150	200
والمرافعة والمرافعة المرافعة المرافعة المرافعة والمرافعة			-	-				-	
ml de solution à 2 $\%$ ml dans 200 ml	0	4	8	16	7	5	0	0	Ö
ml de solution à 50 $\%$ ml dans 200 ml	0	0	0	0	1	3	8	12 •	16

On complète à 200 ml avec la solution de fluorure d'ammonium.

On conserve en fiole plastique.

Il faudrait en réalité faire une gamme avec chacun des liquides d'extraction, mais l'expérience montre que les résultats des différentes gammes diffèrent très peu les uns des autres, et pour faciliter le dosage en série, surtout par voie automatique, toutes les opérations sont faites dans les conditions de l'extrait fluorure.

Nous avons conservé l'expression en P, employée par JACKSON, il est facile de passer à P₂O₅ en multipliant les résultats par 2,3.

Mode opératoire

Le sol séché à l'air et finement broyé est passé au tamis 0,2 mm.

Peser 1 g de sol et introduire dans un tube de centrifugeuse en plastique, de 100 ml (il est intéressant de disposer d'une centrifugeuse à grande capacité permettant d'analyser un grand nombre d'échantillons simultanément).

1°) Ajouter (à l'aide d'un jaugeur automatique, marque Héron ou autre), 50 ml de chlorure d'ammonium.

Boucher le tube avec un gros bouchon de caoutchouc.

Agiter ½ heure à l'agitateur va et vient.

Centrifuger 5 mn à 3.000 tours minute.

Décanter le liquide surnageant (ne pas entraîner de sol).

Recueillir dans une fiole.

Solution 1 (P₂0₅ soluble

2°) Sur le culot de terre, dans le même tube, ajouter <u>50 ml</u> de <u>fluorure d'ammonium</u>, agiter une heure, centrifuger <u>5 mn</u>. Décanter. Conserver en fiole plastique.

Lavage

Sur le culot, ajouter 25 ml de NaCl saturé, mettre le sol en suspension, centrifuger, décanter.

Ajouter 25 ml d'eau distillée en rinçant les bords du tube. Mettre en suspension, centrifuger, décanter. Les décantats sont jetés.

3º) Sur le culot, ajouter 50 ml de soude 0,1 N, agiter pendant 7 heures. Centrifuger 15 mn, décanter dans des béchers de 50 ml - le liquide est fortement coloré par l'humus. Ajouter dans les béchers 4 à 6 gouttes d'acide sulfurique pur. Laisser précipiter les acides humiques, filtrer sur filtre plat. Recueillir les filtrats dans des fioles. Boucher.

Lavage

Sur le culot, laver avec NaCl et eau comme précédemment.

4°) Sur le culot, ajouter 50 ml d'acide sulfurique 0.5 N. Agiter 1 heure, centrifuger 5 mn, décanter on fioles, boucher.

Colorimétrie manuelle

Les quatre extraits précédents sont dosés d'une façon identique.

Opérer dans des tubes à essai pyrex de 25 ml.

Prélever :

- 5 ml de solution d'extrait,
- 2 ml d'acide borique,
- 1 ml de mélange sulfomolybdique (solution A normalité 10 N),
- 2 ml d'acide ascorbique.

Le total correspond à 10 ml

- Pour des raisons pratiques il peut être utile de doubler tous les volumes -

Opérer de la même façon avec 5 ml de solution étalon. Chauffer au bain-marie à 85°, 10 mn. Boucher. Laisser refroidir. Colorimétrer à 665 mp.

Méthode automatique

Verser solutions et étalons dans les godets de l'autoanalyseur Technicon - Voir "manifold" plus loin.

PHOSPHORE ORGANIQUE

Réactifs

- Eau oxygénée à 30 % exempte de $P_2 \theta_5$ (eau oxygénée Electro purifiée par le kaolin - voir méthode plus loin)
- Acide sulfurique 0,5 N (pour toxicologie)
- Acide sulfurique 0,1 N
- Acide borique 0,8 M (45 g. de BO₂H, dans 1 litre d'eau)
- Fluorure d'ammonium FNH4 R.P. cristallisé Mélange sulfomolybdique (solution A)

Principe

On effectue deux extreits différents par SO4H2 dilué et FNH4, d'une part sur un échantillon traité par l'eau oxygénée, d'autre part sur un échantillon non traité. Le différance entre les deux quantités de phosphore extraites donne le phosphore organique.

Mode Opératoire

10) Phosphore organique + inorganique

- 1 gramme de sol broyé passé au tamis 0,5 mm ou 0,2 mm et placé dans un bécher de 100 ml marqué d'un trait de jauge à 50 ml.
- Ajouter 20 ml de H202 déphosphorée. Laisser attaquer à froid 24 h.
- Faire bouillir 2 haures jusqu'à destruction complète de H2O2 Dans les sols très organiques augmenter la quantité de H2O2, concentrar presqu'à sec (consistence pâteuse)
- Tranveser dans un tube de centrifugeuse de 100 ml portant un rapère à 50 ml.
- Laver le bécher avec SUAH2 0,5 N, jusqu'à obtenir le volume final de 50 ml dans le tube de centrifugeuse.
- Agiter le tube à la main jusqu'à dégazage complet, puis boucher et agiter 30 mm dans un agitateur.
- Ajouter 1 g. de fluorurs d'ammonium cristallisé (FNHg), agiter une heure à l'agitateur.
- Centrifuger 5 mn.
- Décenter dans un flacon de polyéthylène de 50 ml.

2°) Phosphore inorganique

- On traite directement 1 g. de sol broyé par 50 ml 504H2 0.5 N dans un tube de centrifugeuse de 100 ml faire dégazer puis agiter 30 mn
- Ajouter 1 g. da FNHA agiter una haure.
- Centrifuger 10 mm, décenter.
- Si la solution est colorée en brun, précipiter l'humus par quelques gouttes de 504H2 concentré filtrer.
- Recueillir dans un flacon de polyéthylène

Doser le phosphore sur les solutions 1 et 2

Faire daux assais à blanc (sans sol) avec les réactifs utilisés dans 1 et 2.

Porganique = Pq (Solution 1 - blanc 1) - P2(Solution 2 - blanc 2)

<u>Fhosphore dit d'inclusion</u> - Pour un travail rapide en série on peut obtenir cette forme par différence.

P Total - (Soluble +PAL + PFe + FCe + P organique)

H₂O₂ exempt de P₂O₅

- Trois fioles coniques bouchées de 500 cc sont préparées avec 20 g. environ de kaolin lavé dans chacune.
- 250 cc d'eau oxygénée "électro" à 110 volumes sont versés dans la première fiole, qui est agitée 5 minutes.
- La suspension est filtrée sur entonnoir Büchner evec un vide moyen, le filtrat doit être essez clair.
- Le filtrat est versé dans la seconde fiole, l'eau de lavage de la fiole à vide et du büchner est ajoutée au filtrat (le dernier filtre recouvert de kaolin est jeté).
- Une seconde agitation de 5 minutes est opérée ; puis une nouvelle filtration sur Büchner avec un filtre neuf. Après filtration ce nouveau filtre est jeté ; le filtrat est recueilli dans la troisième fiole avec les eaux de lavage de la fiole à vide et du blichner.
- Dernière agitation de 5 minutes, dernière filtration sur Büchner, le dernier filtrat doit être limpide, s'il ne l'est pas il faut effectuer une filtration supplémentaire sur entonnoir ordinaire; le volume final de l'eau oxygénée et des eaux de lavage doit être complété à 500 cc avec de l'eau distillée.
 - Conserver en flacon bien bouché -

BIBLIOGRAPHIE

JACKSON (M.L.) - 1958 - Soil chemical analysis, 438 p. Prentice Hall, Inc, Englewood Cliffs.

DABIN (B) - 1965 - Application des dosages automatiques à l'analyse des sols, 1ère partie. Cahier ORSTOM, série Pédologie, 1965, III, n° 4.

Matériel utilisé

A) Matériel pour l'analyse du phosphore par voie colorimétrique manuelle

Matériel particulier

Phosphore total - nitrique :

- Béchers de 100 ml.
- Verres de montres correspondants,
- Ballons jaugés de 100 ml.

Méthode TRUOG:

- . Bouteilles à lait de 750 ml,
- . Bouchons de caoutchouc.
- . Agitateur rotatif,
- Fioles de 500 ml.

Méthode JORET HEBERT:

- . Fioles cylindro coniques de 250 ml,
- . Bouchons de caoutchouc.

Méthode DYER - Méthode Bondy (OLSEN modifiée) - Méthode de fractionnement (CHANG et JACKSON):

- . Tubes de centrifugeuse en nylon de 100 ml,
- . Bouchons de caoutchouc.

Matériel général

- . Jeu de pipettes,
- . Jaugeur Héron Commartin, de 50 ml,
- . Ballons jaugés de 1 1, de 200 ml, de 100 ml,
- . Entonnoirs de 90 mm Ø,
- . Entres correspondants.
- Béchers de 50 ml,
 Flacons bouchés en polyéthylène, de 50 ml,
- . Tubes à essai pyrex de 20 ml,
- . Béchers de 1 litre,
- . Agitateur va et vient.
- . Centrifugeur 4500 tours minute,
- . Colorimètre équipé d'un filtre 660 mu.

B) Méthodes de dosage automatique

Le dosage des solutions phosphoriques par la méthode de DUVAL, s'adapte particulièrement bien à l'autoanalyseur Technicon.

Les extractions sont faites manuellement en grande série et les liquides d'attaque sont stockés jusqu'à concurrence de 200 solutions environ. Les solutions étalons peuvent être fabriquées à l'avance et être utilisées pour un grand nombres de dosages.

Pour le montage des "manifolds" il suffit de choisir des tubes de pompe dont les débits correspondent aux quantités de réactifs qui sont utilisés en colorimétrie manuelle.

La réduction à chaud à l'acide ascorbique, s'effectue en continu dans une bobine de délai placée dans un bain-marie

à température constante (85°).

On peut utiliser une cuve colorimétrique, rectangulaire ou tubulaire. La lecture s'effectue à 665 mm.

Les dosages ont lieu à la vitesse de 30 ou 40 échantillons à l'heure, suivant les cas, entre deux dosages, un lavage est réalisé par une solution d'acide sulfurique N.

Nous donnons ici trois exemples de manifold réalisés aux S.S.C. Bondy, et un exemple provenant de la Station Agronomique de l'Aisne.

- 1°) Le "manifold" ou montage pour le phosphore total (méthode nitrique).
- 2°) Le "manifold" pour le phosphore assimilable (méthode TRUOG).
- 3°) Le "manifold" servant à la fois pour le phosphore assimilable dans les sols tropicaux (méthode OLSEN _ JACKSON, modifiée Bondy) et pour les formes du phosphore (méthode de CHANG et JACKSON).
- 4°) Un "manifold" réalisé à la Station agronomique de l'Aisne pour les extraits oxaliques et citriques (peut servir pour le phosphate de fer d'inclusion).

Matériel pour les dosages automatiques du phosphore

Même matériel que celui décrit pour les méthodes manuelles, moins les tubes à essai et le colorimètre remplacé par le matériel autoanalyseur.

<u>Matériel autoanalyseur Technicon</u>

- . 1 distributeur Sampler II,
- . 1 pompe proportionnante,

accessoires.

- . 1 bain-marie 90° double délai,
- 1 colorimètre (filtre 660 mµ),
 1 enregistreur.

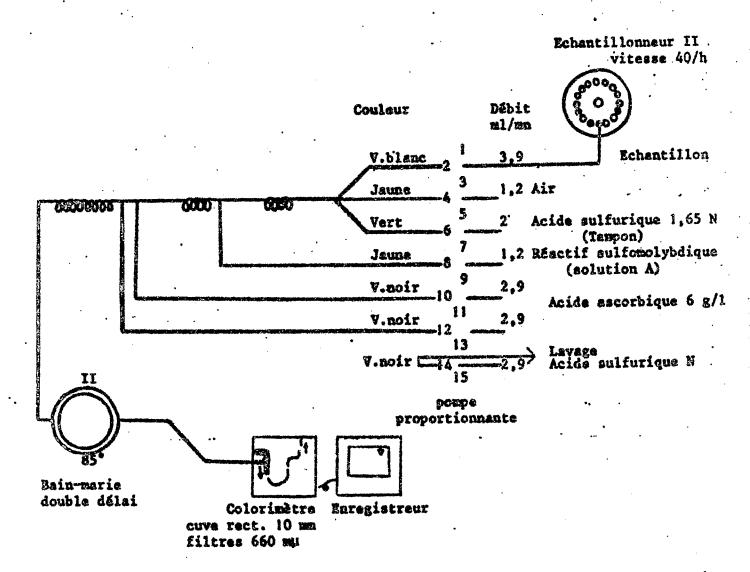
MANIFOLD POUR LE PROSPHORE TOTAL

METHODE Phosphore total

Référence : Nitrique

Concentration: 20 ppm & 640 ppm P (1 g de sol)

Echantillon: Sol



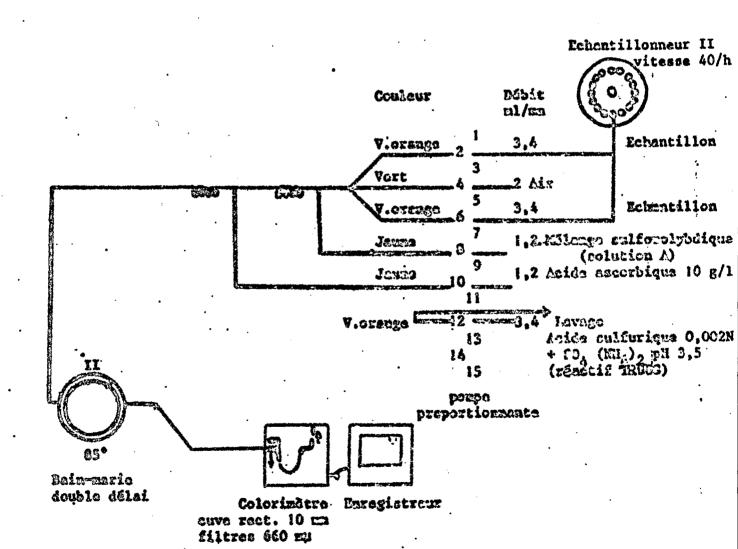
MANIFOLD POUR LA METERODE "TRIFOG"

METHODE Phosphore assimilable (Truog)

Référence : TRUCG

Concentration: 4 ppm à 300 ppm P (1 g de sol)

Echantillen : Sol

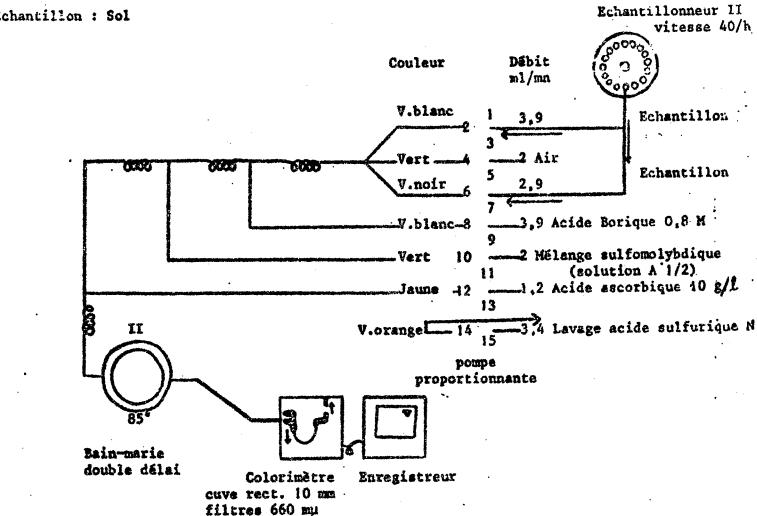


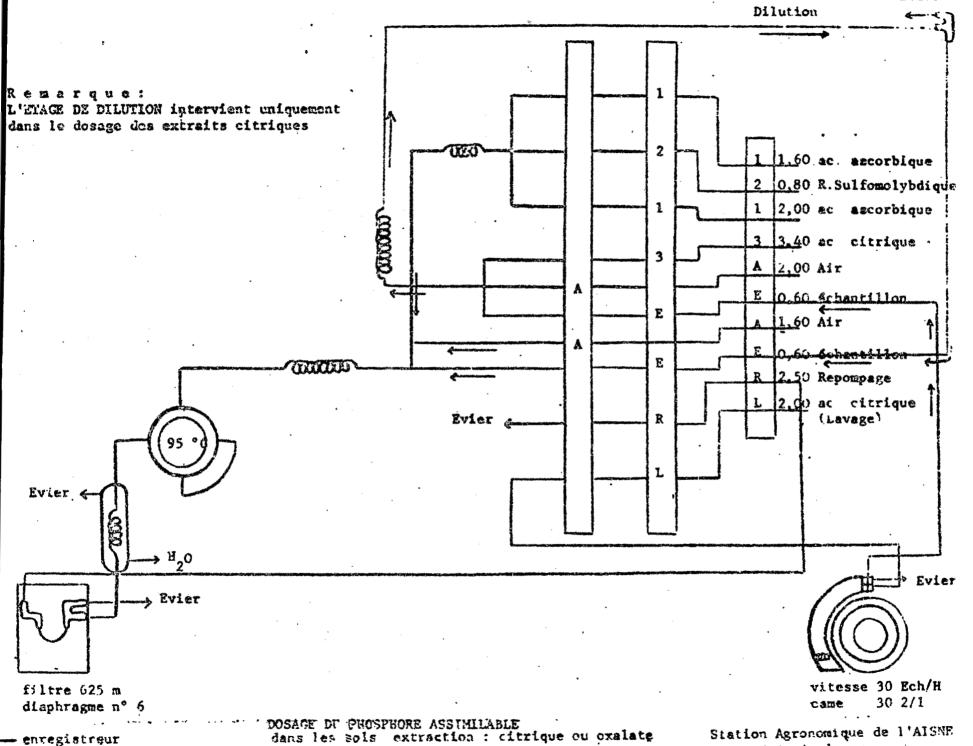
MANIFOLD POUR LES FORMES DU PHOSPHORE (CHANG et JACKSON) ET POUR LE PHOSPHORE ASSIMILABLE DANS LES SOLS IROPICAUX (Méthode OLSEN-JACKSON, modifiée BONDY).

ETHODE formes du phosphore et phosphore assimilable (méthode OYSEN-JACKSON)

éférence : CHANG et JACKSON

oncentration: 2 ppm à 200 ppm de P (1 g de sol)





dans les sois extraction : citrique ou oxalate

Station Agronomique de l'AISNE Auto Aselyzer