CN010810
V200
OLI

G IV
01 FEV. 1978

REPUBLIQUE DU SENEGAL
PRIMATURE

DELEGATION GENERALE
A LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE
ET TECHNIQUE

METHODES D'ANALYSE DES SOLS-EAUX-PLANTES

EN USAGE AU

C.N.R.A. DE BAMBEY

RECUEILLIES PAR

R. OLIVER

-ANNEXES-

Janvier 1978

Centre National de Recherches Agronomiques
de Bambey

INSTITUT SENEGALAIS DE RECHERCHES AGRICOLES
(I. S. R. A)

A N N E X E 1

MANIFOLDS DE DOSAGE DES DIVERS ELEMENTS

Annexe 1: PRESENTATION DE LA CHAINE D'ANALYSE COLORIMETRIQUE A FLUX CONTINU - ELECTROSYNTHESE

1 - DESCRIPTION

Cette chaine est composée de plusieurs modules se complétant :

- un plateau distributeur d'échantillonsà temps de pompage et de rinçage réglables de 0 à 120 et de 0 à 60 s.

- une pompe péristaltique à vitesso réglable (utilisée sur V= 4) permettant le pompage de liquides à l'aide de tubes calibrés, donc do débit connu, (repéré par un code de couleur normalisé). Cette pompe supporte un Plateau sur lequel est fixé un montage (Manifold) qui permet de fairo converger à l'intérieur de bobines dites de mélange les divers flux de liquides pompes par les tubes calibres. Ce flux est segmenté par l'arrivée au niveau de la première bobine d'un tube pompant de l'air, cette segmentation a pour effet de permettre un mélange homogène des divers réactifs et de l'échantillon de façon à développer une coloration.Le flux de liquide peut d'ailleurs, selon le manifold, être dirigé vers des bobines dites "de délai" thermostatées ou non qui ont pout objet d'augmenter le temps de contact des divers réactifs afin de permettre à la coloration de se developper pleinement.

- Un ensemble colorimètre-enregistreur permettant après débullago fu flux et son passage dans une cuve de mesure, la lecture en continu do l'intensité de la coloration et sa traduction sous forme de "pics" dont la hauteur est une fonction croissante de la concentration des échantillons en élément à analyser.

2 - ABREVIATICNS UTILISEES DANS LES SCHEMAS DE MANIFOLD

b.m.s. ou b.m.c. = bobino de mélange courte
b.m.d. = bobine de mélange longue
B.D.S. = bobine de délai simplc
B.D.D. = bobine de délai double (la mention d'une température indique l'utilisation du bain marie)
b.m.d.ent.lat.méd.= bobine de délai double à entrée latérale médiane
t1 = temps de pompage de l'échantillon en secondes
t2 = temps de rinçage en seconde

Valeurs de la bande passante des filtres disponibles sur le barillet porte filtres du colorimètre (valeurs données par le fabricant).

Fitre n° F	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9
λ nm	Opaque	430	465	435	520	545	570	600	660	sans fitre

3 - MODE D'EMPLOI ET PRECAUTIONSD'UTILISATION DE LA CHAINE E.S.

- Mettre sous tension les modules participant à l'analyse

- S'assurer que les tubes de pompage du manifold à utiliser sont en bon état (ecrasement excessif) et mettre en place le manifold en suivant

le schéma de montage, faire toutes les connexions nécessaires aans oublier une éventuelle mise en route du bain-marie et du réfrigérant.

- Pomper de l'eau distillée pendant 5 à 10 minutes et s'assurer quo tous les tubes de pompe débitent normalement. Sinon changer les tubes défaillants de place sur la pompe ou, le cas Qchdant, remplacer ce tube.

- Pomper alors les réactifs après avoir vérifié leur état de conservation et s'être assuré que la quantité do réactif en stock est suffisante pouf: passer l'ensemble des échantillons à analyser dans la journée,: vérifier la régularité du bullage.

- Mettre en place le filtre opaque (N°0) et appuyer sur "plume" (enregistrsur), régler à l'aide du potentiomètre 0% la pointe du stylo do l'enregistreur sur la limite à gauche du papier (côté boutons pressoirs). Laisser arriver le flux de réactifs au nivoau de la cuve de passage du colorimètre et mettre en place le filtre correspondant au dosage à effectuer, régler alors à l'aide du potentiomètre 100% T la pointe du stylo de l'enregistreur sur 951: de Transmission.

- Mettre en route le défilement du papier ("papier") et laisser tracer une ligne de base de quelques centimètres, vérifier sa régularité.

- Mettre en route le passeur d'échantillon et laisser se dérouler l'analyse.

- No pas oublier do "recharger" éventuellement les godets contenant les témoins au cours de l'analyse.

- En principe la chaine est toujours utilisée avec l'"expansion" 0, il est toutefois possible de l'utiliser, avec les expansions "1", "2", etc... si l'on désire obtenir une plus grande sensibilité, le décalage de la ligne de base. est à rattraper à l'aide du potentiomètre 100% de transmission. Toutefois le gain en sensibilité est parfois compensé par la perte de régularité de la ligne de base.

- L'apparition de pics "bifides" ou fortement déformés est le signe d'une interférence, généralement due à un composant de la matrice de dosage. Il est alors nécessaire, soit de diluer l'échantillon pour permettre uns! lecture correcte, soit d'entreprendre une étude systématique de la cause de l'interférence et du moyon de La corriger,

- En Pin de journée, il est indispensable de rincer l'ensemble du "Manifold" pendant au moins 1/4 d'heure à l'eau distillée et d'arrêter les appareils en se référant à la "check-liste" placée sur la paillasse. Surtout ne pas oublier de couper l'eau du réfrigérant et de mettre les mousses aux divers modules.

NOTA: S'il est nécessaire do changer un réactif en cours de passage, il est préférable de refaire une ligne de base et de ropasser une gamme étalon.

Annexe I-1 ': DOSAGE A L'ERYOCHROME CYANINE DE L'ALUMINIUM ECHANGEABLE DANS LES SOLS.

- Réactifs

- Eryochrome cyanine a 200 mg/l contenant 2 ml de HNO3 RP/litre. Cette solution est à conserver au réfrigérateur. Ne pas excéder deux semaines de conservation.

- Acide ascorbique à 1 g/l. A conserver au réfrigérateur au maximum 1 mois.

- Tampon pH 6,2 : Peser dans un bécher de 50g d'acétate de sodium, ajouter 000 ml d'eau distillée et dissoudre, ajuster à pH 6,2 avec CH3 COOH R.P.

Consommation de réactif

Réactifs	Tube - code	Débit ml/mn	ml de réactif consommés par plateau
Acide ascorbique	vert	1,71	250
Eryochr.cyanine	vert	1,71	250
Tampon	2 X vert	3,42	500

Gamme étalon

ppm Al en solution	0	1	2	4	6	8	10	12
ht de pic type mm	5	25	47	77	96	106	112	115

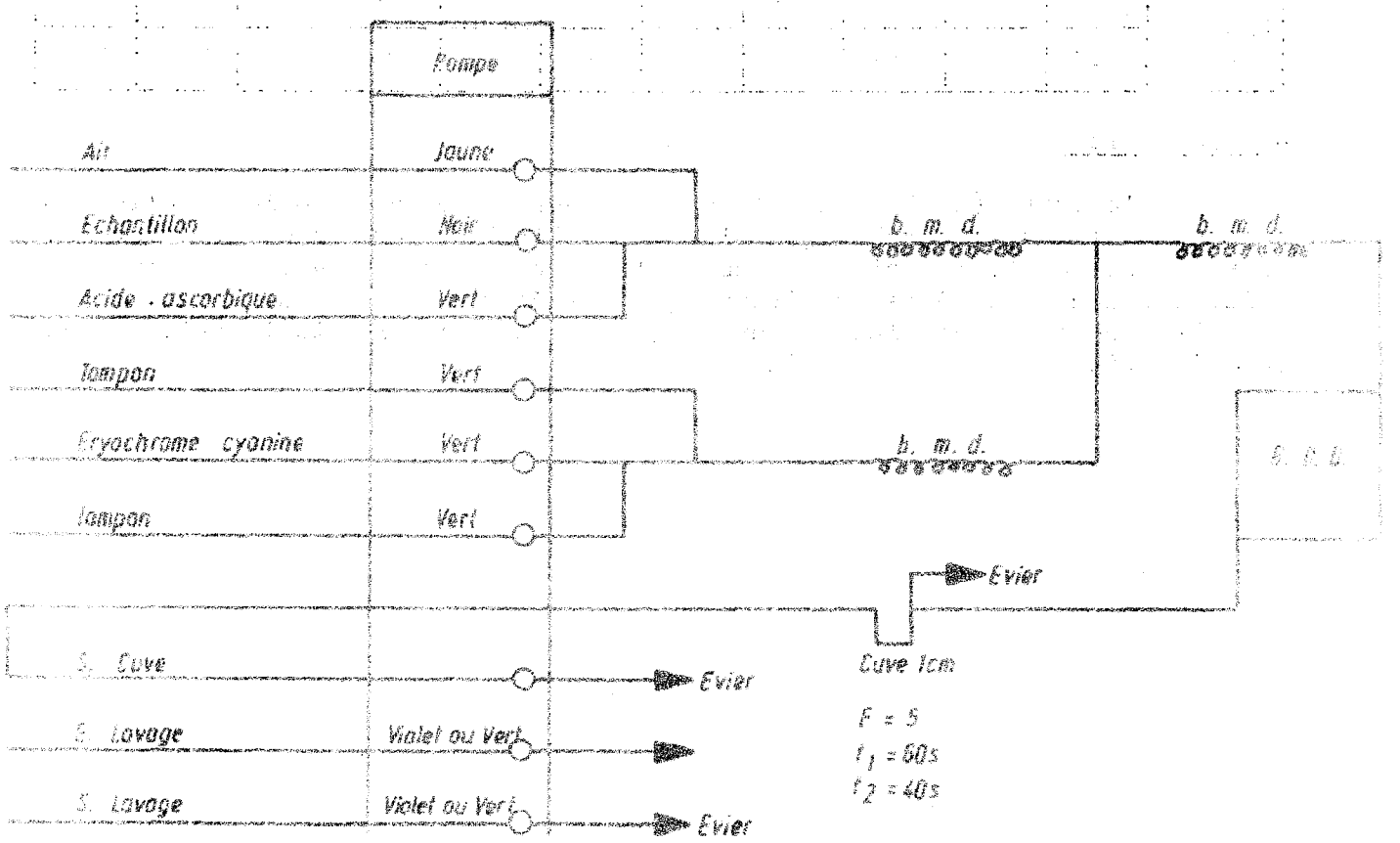
Observations

Ce manifold est très sensible à l'acidité du milieu avec interférence positive.

ANNEXE I-1

DOSAGE A L'ERYOCHROME CYANINE DE L'ALUMINIUM ECHANGEABLE DANS LES SOLS

MANIFOLD



Annexe I-2 : DOSAGE DE L'AZOTE AU DICHLOROISOCYANURATE DE SODIUM

- Réactifs

- Tampon d'interférences: EDTA (sel disodique 10 g/l + Tartrate double de sodium et de potassium 10 g/l + soude 20 g/l
- Colorant 1 : Soude 80 g/l + Dichloroisocyanuratu de sodium 5 g/l
- Colorant 2 : Salicylate do sodium 85 g/l t Nitroprussuato d de sodium 1 g/l (à conserver au réfrigérateur).

- Consommation de réactifs

Réactifs	Code tube	Débit ml/mn	Débit/plateau ml
Eau distillée	Violet t vert	3,2	260
Tampon	vert	1,71	135
Colorant 1	orange	0,42	35
Colorant 2	noir	0,39	35

- Gamme @talon-type

ppm $N(NH_4)$		0	5	10	20	30	[illegible]	[illegible]	60	70	80
Ht de pic en mm tube extract	E.1	18	56	109	153	177	163	1[illegible]7	Trop élevé		
	E.2	5	34	52	88	121	138	152	161	169	175
	E.3	5	26	38	67	96	111	128	139	151	158

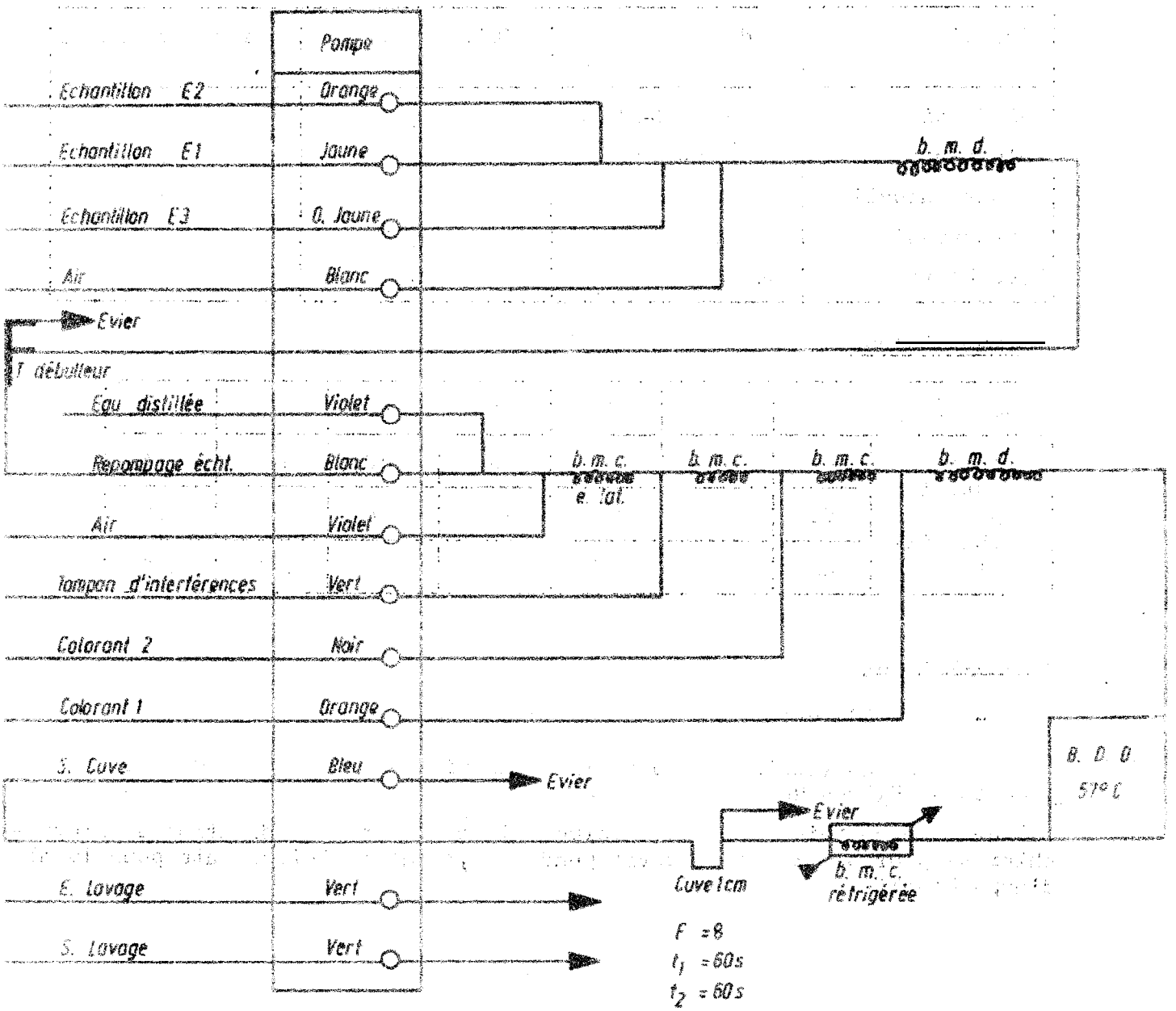
- Observations

L'acidité (H_2SO_4) du milieu pout poser quelques problèmes d'interférence, elle est tolérable jusqu'à 1% sur El; 2,5% sur E2 et 5,7% sur E3. Dans le cas de El, il est préférable d'opérer le lavage avec une solution acidifiée dans les mêmes conditions que las échantillons à analyser. Les résultats obtenus sont légèrement supérieurs à ceux par distillation ou par colorimétrie au phénate alcalin.

ANNEXE 1-2

DOSAGE DE L'AZOTE AU DICHLOROISOCYANURATE DE SODIUM

MANIFOLD



Annexe T-3 : DOSAGE DE L'AZOTE AU PHENATE ALCALIN

- Réactifs

- Solution complexanto : Soude en pastilles 20 g) Citrate de sodium 50 g) H_2O QSP 1 litre Tartratc de sodium 150 g)

ou Tartrato double de sodium et potassium 182 g

- Phénate alcalin : Phénol 89 g) Soude 60 g) H20 QSP 1 Litre

- Nitroprussiate de sodium à 2 g/l (no pas conserver ce réactif plus d'une semaine au réfrigérateur.)

- Hypochlorite de sodium à 10' chlorométrique (Pr oLabo 278963) dilué au 1/20 par do 1'eau distillée (Si l'intensité de la coloration obtenue n'est pas satisfaisante) il sera nécessaire de vérifier le titre de cette solution comme indique ci-après.

Réactifs	Code tube	Débit ml/mm	Qt réactif/plateau ml
Eau distillée	rouge + O-blanc	1,2	60
Solution compléte	violet-blanc	3,3	160
Phénate alcalin	bleu	1,5	75
Nitroprussiate	blanc	0,75	35
Hypochlorite	rouge	0,8	40

- Gamme étalon

ppm N (NH_4)		G	20	40	60	80	100
Tube de pom pe utilise pour l'échantil-lon	El	, 0	50	85	110,5	123	144
	E2	0	103	147	166	175	179
	E3	G	155	180	188	200	200

- Observations

vérification du titre de l'hypochlorite.

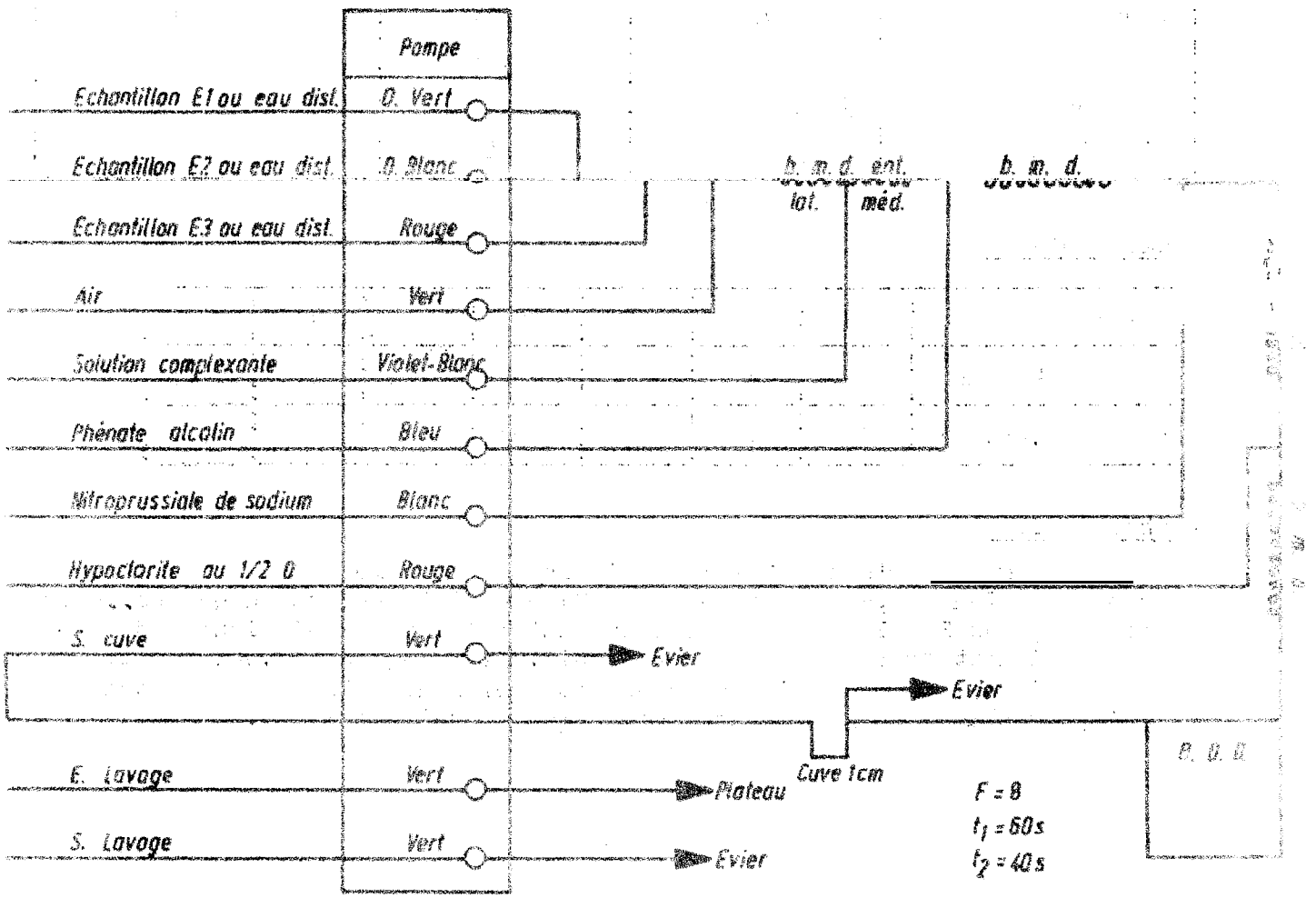
10 ml de solution diluée d'hypochlorite + 20 m1 IK à 100 g/l + X gouttes CH3COOl-1 RP.

Titrer avec du thiosulfatc de sodium N/10 et ajuster la dilution de l'hypochlorite pour que le titre corresponde à 1,35 ml de thiosulfate pour 10 ml d'hypochlorite.

ANNEXE 1-3

DOSAGE DE L'AZOTE AU PHENATE ALCALIN

MANIFOLD



Annexe I-4 : DOSAGE DU FER AU T p T Z OU A L'O.PHENANTROLINE

- Réactifs

- Chlorydrate d'hydroxylamine à 0,5% (HCl, NH_2OH). Ne pas conserver plus de 1 semaine (stocker au réfrigérateur en flacon brun).

- Colorant A - TPTZ (2-4-6 Tris (2'-pyridyl)S-triazine). Pour 500 ml. de réactif peser 250 mg de TPTZ, ajouter enfiole jaugée environ 400ro.l d'eau distillée puis 5 ml de HC1 RP. Compléter à volume avec de l'eau distillée

ou - Colorant B - 0. phénantroline à 0,2% conte ant 1 ml pour 500 ml de réactif de HC1 R.P.

- Tampon pH 3,5: Dans un béchor de 1 litre peser 250 g de CH3 COONa RP ajouter environ 600 ml d'eau distillée puis sur pH mètre ajouter HCl RP QSP atteindre pH 3,5 (environ 100 ml), transvaser en fiole jaugée do 1 litre et compléter à volume avec de l'eau distillée.

- Citrate de sodium à 3%: seulement en cas d'utilisation du colorant B.

- Consommation de réactif

Réactifs	Code tube	Débit ml/mm	ml réactif/plateau
HCl, NH_2OH	Violet-blanc-vert	4,98	350
Tampon	rouge+vert	2,52	180
Colorant A	jaune	1,18	85
Colorant B	jaune	1,18	35
Citrate Na	rouge	0,8	60

- Gamme étalon

ppm Fe	0	5	10	20	30	40	50
ht pic TPTZ mm	0	52	88	137	160	174	181
ht pic.O.ph. mm	C	35	60	103	130	151	155

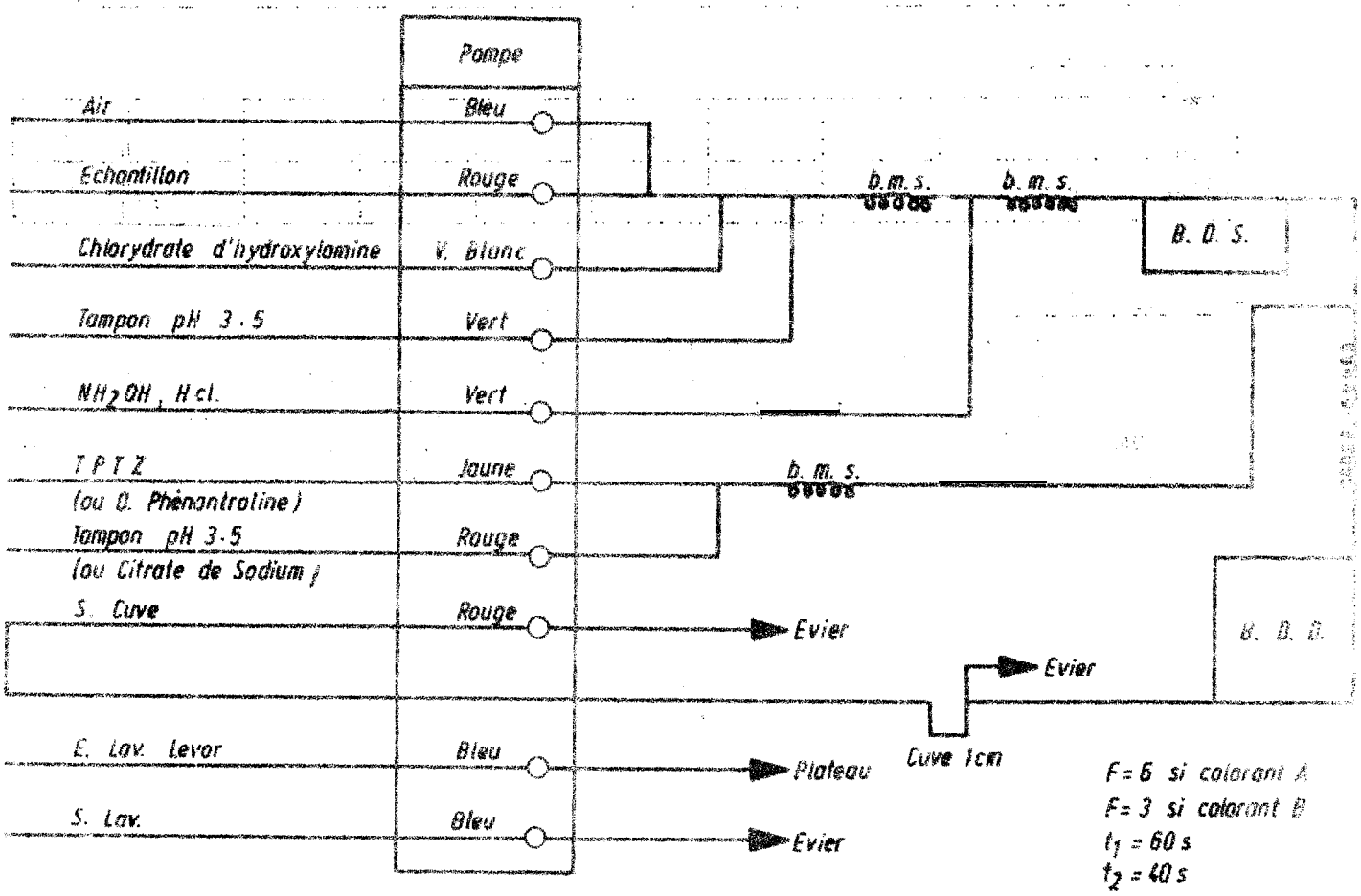
- Observations

Le dosage n'est sensible à l'acidité du milieu qu'au delà d'une concentration 0,4 N (3,4% de HC1 RP) avec interférence négative..Pour le dosage du Fer libre,il existe une interférence du dithionite do sodium qui doit être détruit au préalable. Le dosage à l'O.phénatroline est environ 1,7 Pois moine sensible quo celui au TPTZ. pour le dosagc do Fe^{2+}, remplacer le pompage de HCl, NH_2OH X H20 distillée.

ANNEXE I-4

DOSAGE DU FER AU TPTZ OU A L'O. PHENANTROLINE

-MANIFOLD



Annexe I-5 : DOSAGE DE L'ALUMINIUM A L'ERYOCHROME CYANINE MANIFOLD UTILISABLE EN MILIEU ACIDE

- Réactifs :

  - Solution d'Eryochrome cyanino: Eryochrome cyanino 774 mg) NaCl R.P. 25,8g) NH_4NO_3 R.P. 25,8g) HNO_3 R.P. 2 ml) H_2O QSP 1 litre

  - Tampon pH 6,2 : Dans un bécher de 1 litre dissoudre 320g d'acétate de sodium dans 800 ml d'eau distillée environ, ajuster au pH-mètre à pH 6,2 à l'aide de CH_3COOH RP, transvaser en fiole jaugée de 1 litre et ajuster à volume avec de l'eau distillée.

  - Acide ascorbique à 10 g/l

- Consommation de réactifs

Réactifs	Code tube	Débit ml/mm	ml réactif/plateau
Eryochrome cyan.	blanc	0,73	55
Acide ascorbique	noir	0,39	27
Tampon	Jaune + bleu	2,69	200
Eau distillée	violot-blanc	3,27	240

- Gamme étalon

ppm Al	0	1	2	4	6	8	10	12
ht pic mm	4	28,5	54	89,5	110	125	134,5	144

- Observations

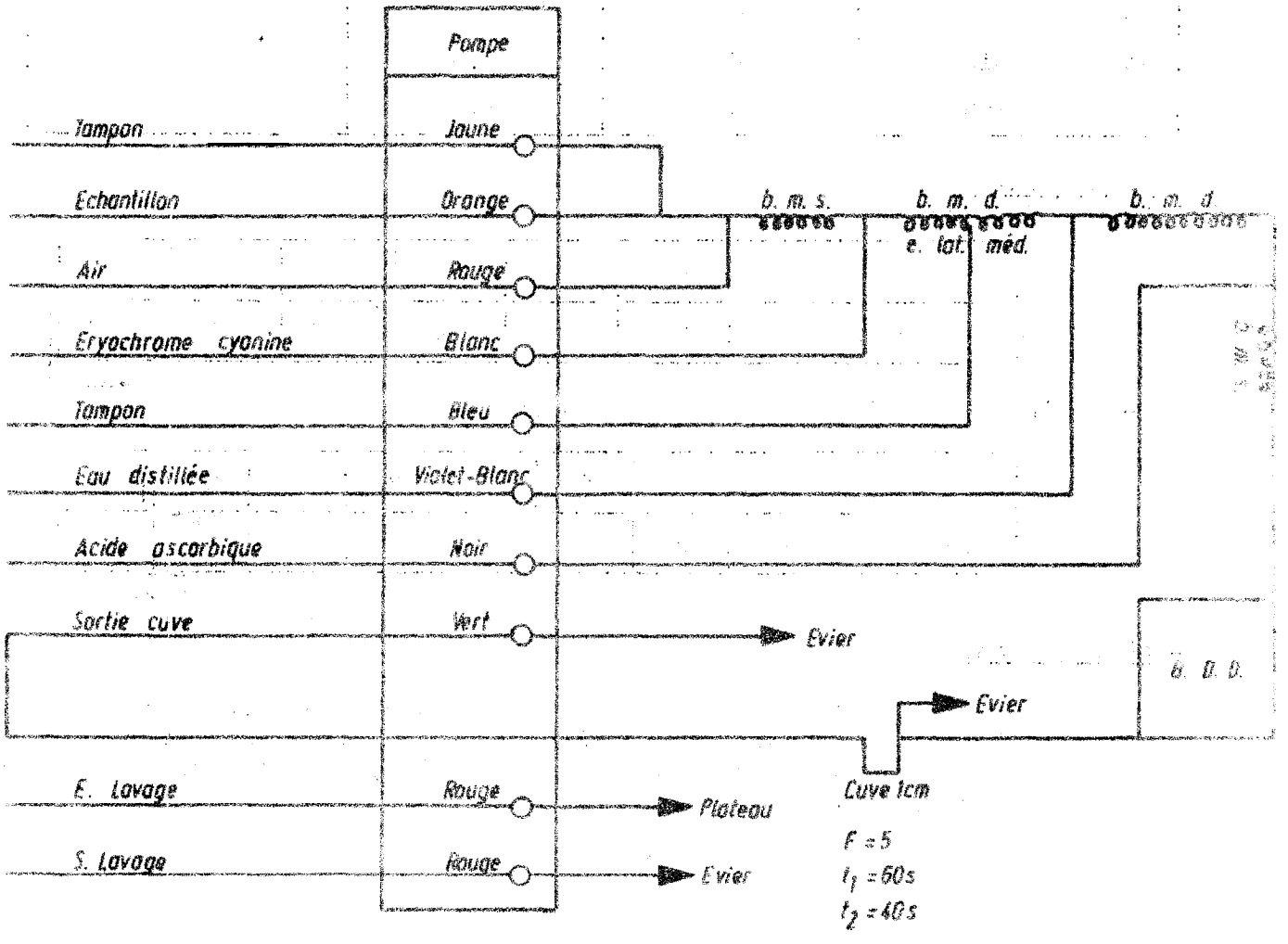
Si l'interférence de l'acidité ne peut pas être totalement éviter, elle est quand même fortement minimisée par l'emploi de ce manifolci. Il est préférable d'utiliser des solutions de rinçage en milieu de même acidité que les échantillons à analyser. L'acidité est supportable jusqu'à une concentration en HCl égale à 2%.

ANNEXE J-5

DOSAGE DE L'ALUMINIUM A L'ERYOCHROME CYANINE

MANIFOLD UTILISABLE EN MILIEU ACIDE

MANIFOLD



Annexe I-6 : DOSAGE DES PHOSPHATES PAR REDUCTION DU PHOSPHOMOLYBDATE D'AMMONIUM A L'ACIDE ASCORBIQUE A CHAUD

- Réactifs

  - Réactif sulfonalybdique: Peser dans une fiole jaugée de 1 litre 25 g de molybdate d'ammonium, et les dissoudre dans environ 200 ml d'eau distillée. Ajouter avec précaution et en refroidissant 250 ml de H_2SO_4 Rp (36 N) à 300 ml d'eau distillée (dans un bécher de 800 ml) puis mélanger les deux réactifs dans la fiole jaugée en refroidissant puis ajuster à volume avec de l'eau distillée.

  - Acide ascorbique à 10 g/l (à conserver au réfrigérateur en flacon brun).

  - Acide borique à 30 g/l.

- Consommation des réactifs

Réactifs	Code tube	Débit ml/mm	ml réactif/plateau
Sulfomolybdato	blanc	0,73	55
Ac. ascorbique	violet	2,00	150
Acide borique	violet ou jaune	2,00	150

- Gamme étalon

A- Manifold dosage sols

ppm P	0	2	4	6	8	10
Hauteur pic mm	2	76	123	152	170	180

B- Manifold modifié pour dosage dos plantes

pprn P	0	5 5	10 10	20	30	40	50
Hauteur pic en mm	2	4 6	84	132	160	176	185

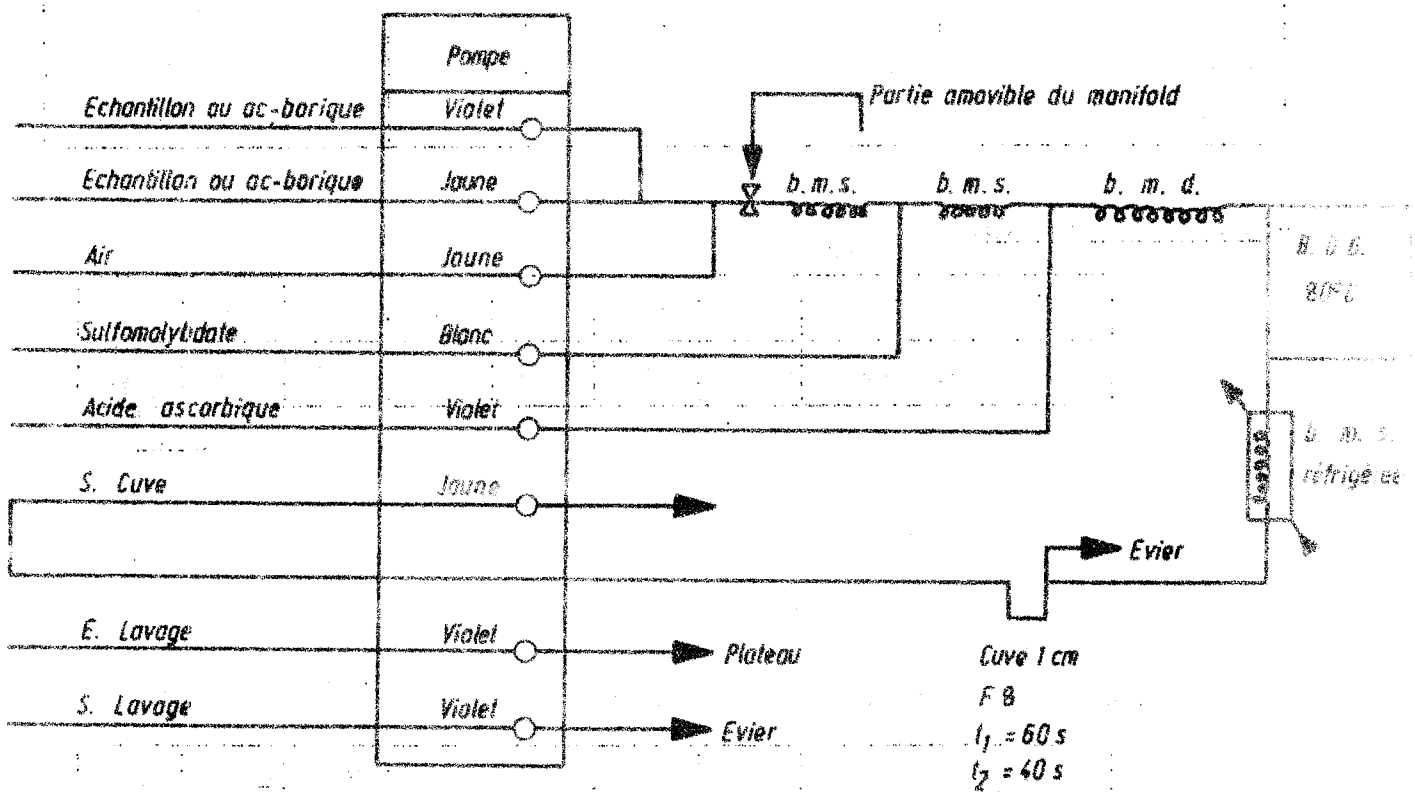
- Observations

Pas d'influence de l'acidité du milieu sur la hauteur des pics jusqu'à au moins une acidité voisine de 2,6 N (21% en HC1 et 7,5% en H2 SO_4) mais influence sur la forme des pics, avec le tube de pompage échantillon jaune.

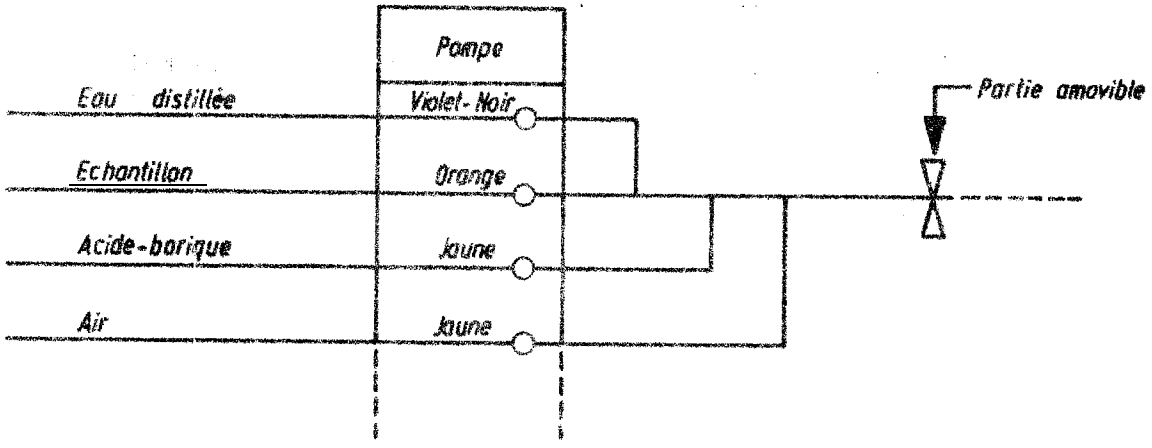
ANNEXE I - 6

DOSAGE DES PHOSPHATES PAR REDUCTION DU PHOSPHOMOLYBDATE D'AMMONIUM A L'ACIDE ASCORBIQUE A CHAUD

MANIFOLD (A)



MODIFICATION POSSIBLE DU MANIFOLD (B)



Annexe I-7 : DOSAGE DES CHLORURES AU THYOCIANATE MERCURIQUE

- Réactifs

  - Alun fcrriquo : Fe $(NH_4)(SO_4)_2$ - $12H_2O$ à 60 g/l + NO_3H RP 430 ml/l de solution (cotte solution a une concentration finale en NO_3H de SN).

  - Thyocianate mercurique: solution saturée à 0,7 g/l de thyocianatc mercurique, agiter puis filtrer après avoir ajusté à volume.

- Consommation de réactifs

Réactifs	Code tube	Débit ml/mn	ml réactif/plateau
Eau distillée	bleu	1,5	110
Thyocianate Hg	jaune	1,2	85
Alun ferrique	orange	0,4	30

- Gamme étalon type Montage A à faible sensibilité

Cl^- ppm	0	100	200	400	600	800	1000
Hauteur pic mm	5	41	63	88	1 04	114	122

  - Montage B à sensibilité plus élevée

Cl^- ppm	0	10	25	50	75	100	200
Hauteur pic mm	5	35	62	86	98	110	134

- Observations

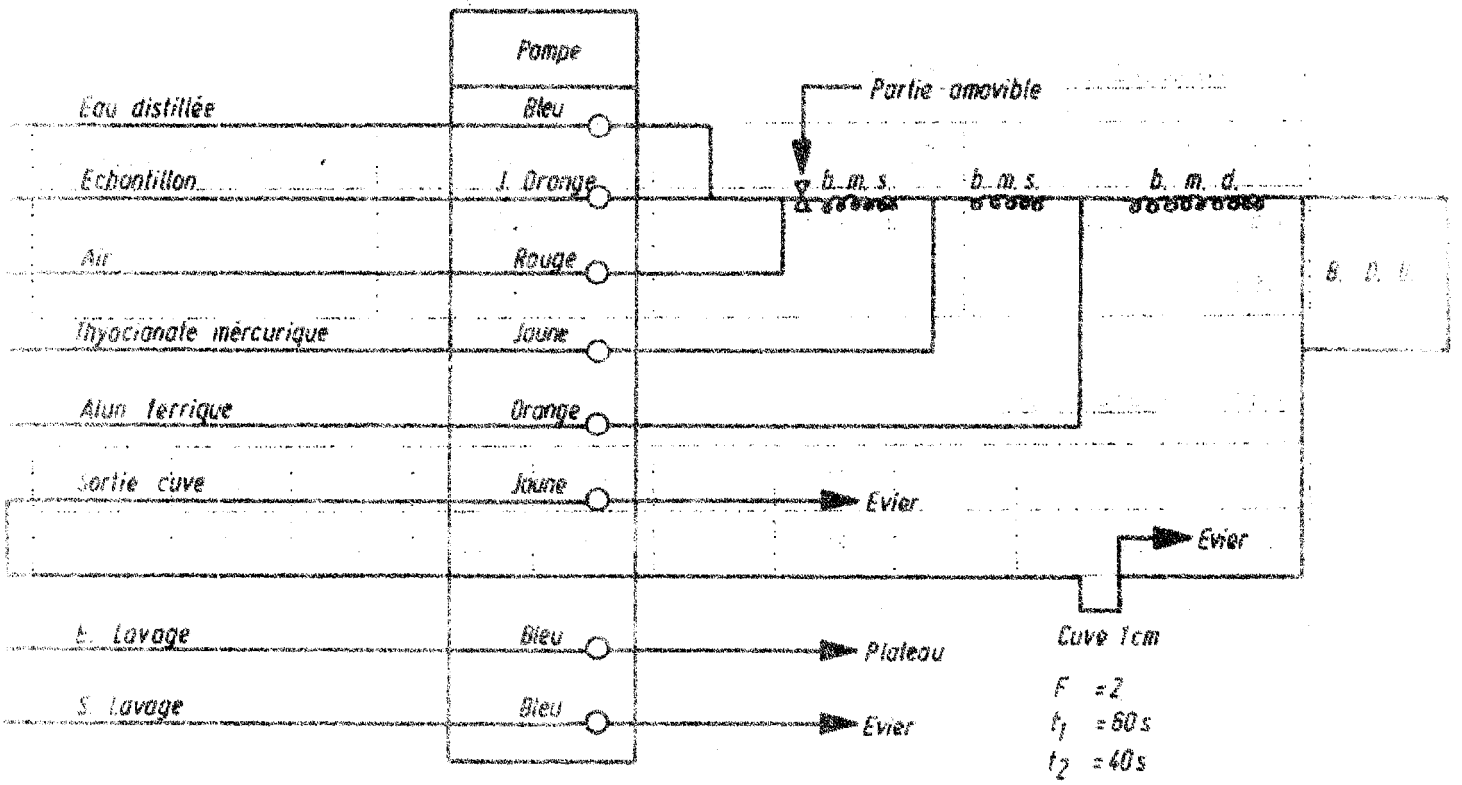
  - Aucune interférence des cations et anions usuels, diminution progressive de la coloration en milieu H_2SO_4.

  - Bonne corrélation avec les résultats obtenus par potentiométrie.

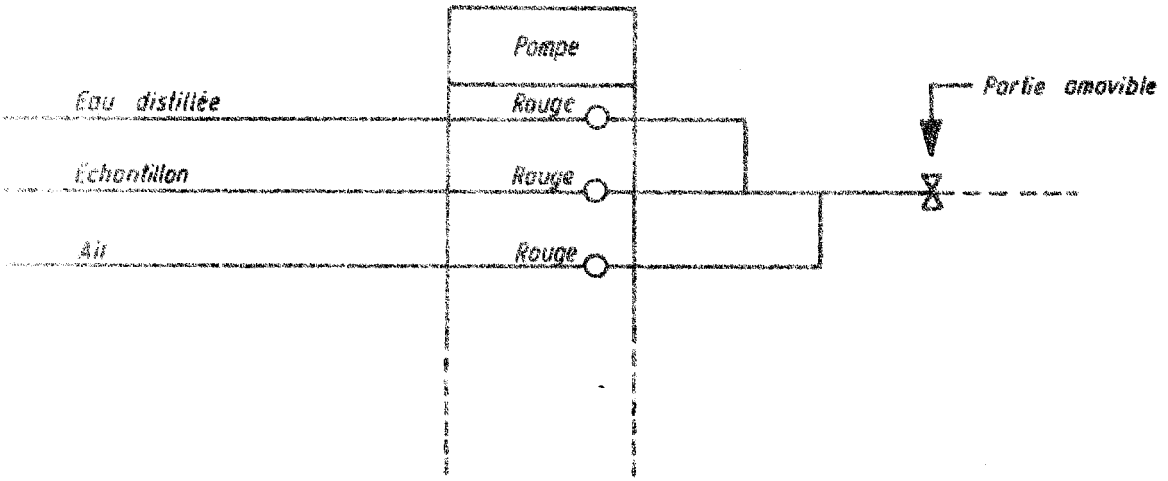
ANNEXE I-7

DOSAGE DES CHLORURES AU THYOCIANATE MERCURIQUE

MANIFOLD (A)



MODIFICATION POSSIBLE DU MANIFOLD (B)



Annexe I-8 : DOSAGE DES PHOSPHATES AU REACTIF DE MISSON

- Réactifs

  - Réactif de MISSON : Préparer les solutions suivantes

    - Solution A : 100 g de molybdatc d'ammonium
      10 ml NH4OH à 25% (RP) } H20 QSP 1 litre

    - Solution B : 2.345g de vanadato d'ammonium
      7 ml de HN03 (d = 1.38) } H_2O QSP 1 litre

Le réactif de Misson est préparé en ajoutant dans une fiole jaugée de 500 ml 100 ml de solution A, 100 ml de solution B, 67 ml de HNO_3 RP et cncomplétent à volume avec de l'eau distillée.

- Consommation de réactifs

Réactif	Code tube	Débit ml/mn	ml réactif/plateau
Eau distillée	jaune-bleu	1.2	90
Misson	vert	1.7	120

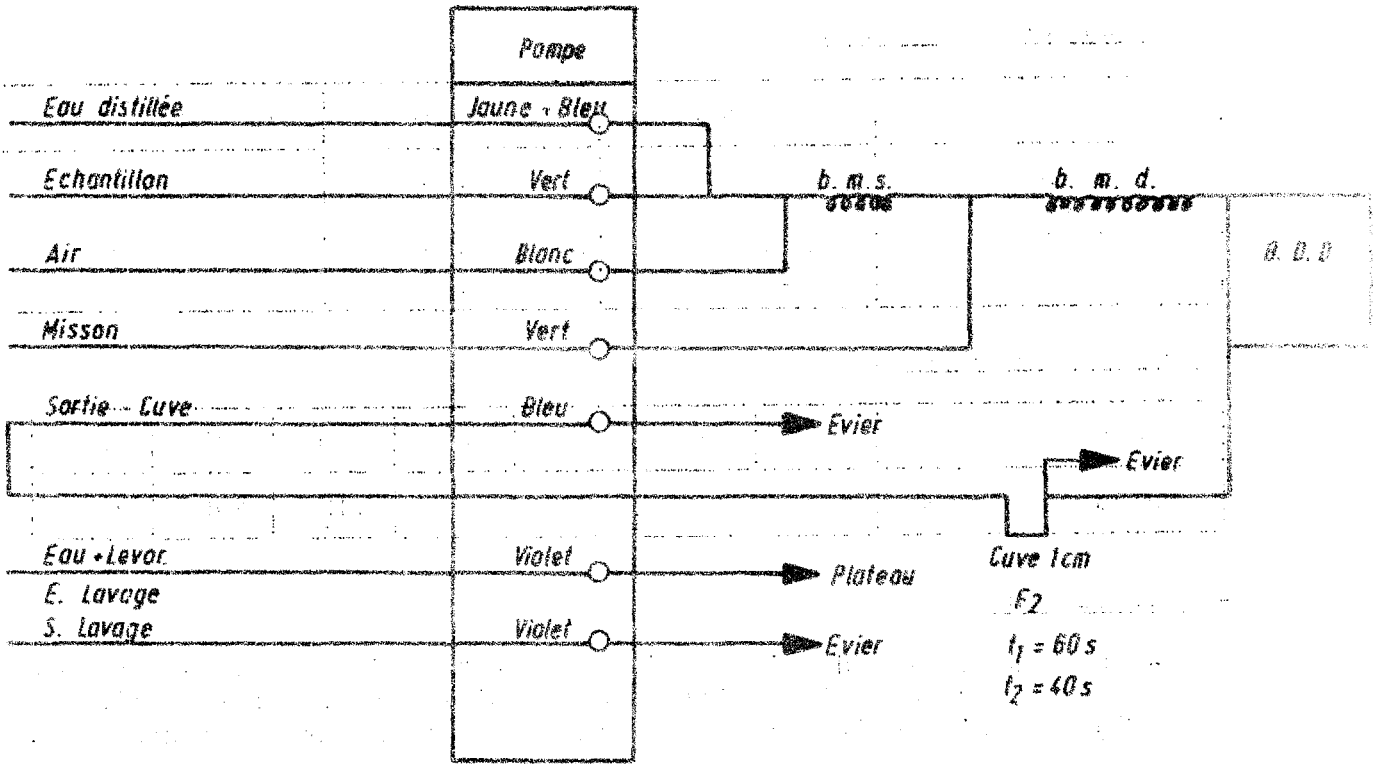
- Gamme étalon type

ppm P	0	10	20	40	60	80	100	120
Hauteur pic mm	. 5	, 25	45	74	,97	113	125	132

ANNEXE I-8

DOSAGE DES PHOSPHATES AU REACTIF DE MISSON

MANIFOLD



Annexe I-9 : DOSAGE DU BORE A L'AZOMETHINE H-

- Réactifs

- Préparation de l'azométhine H :

Dissoudre 10g de Monosodium 8-NH_2-1-Naphtol-3-6-dioulphonique acide (Merck Schuchardt n° 820078 HM 102) dans 500 ml d'eau distillée. Neutraliser sur pH-mètre à 7,0 avec Na OH 10% puis acidifier avec HC1 RP jusqu'à pH 1,5. Introduire 10 ml de Salicyaldéhyde et agiter vigoureusement pendant une heure en chauffant à 40°-50°C.
Laisser décanter au moins16 heures puis filtrer sur buchner en lavant avec C2H5OH à 95° (bon goût) jusqu'à obtenir un filtrat incolore. Sécher le résidu sur filtre à l'étuve à 100°C puis le conservor au sec après broyage.

- Solution d'azométhine H

Solution à Y g d'azométhine H +20g d'acide ascorbique par litre de solution (à conserver en flacon plastique au réfrigérateur).

- Solution tampon d'EDTA (Na) à 50 g/l

Tampon pH : Solution à 400 g/l du $CH_3COO\ NH_4$ + 100 g/l CH_3COOK

- Consommation de réactifs

Réactifs	Code tube	Débit ml/mn	ml réactif/plateau
Azométhine H	gris	0,93	70
EDTA (Na)	gris	0,93	70
Eau distillée	bleu	0,73	55
Tampon	gris	0,93	70

- Gamme étalon-type

ppm B	0	2	6	8	10	15	20
Hauteur pic en mm	2	37	85	102	112	130	145

- Observations

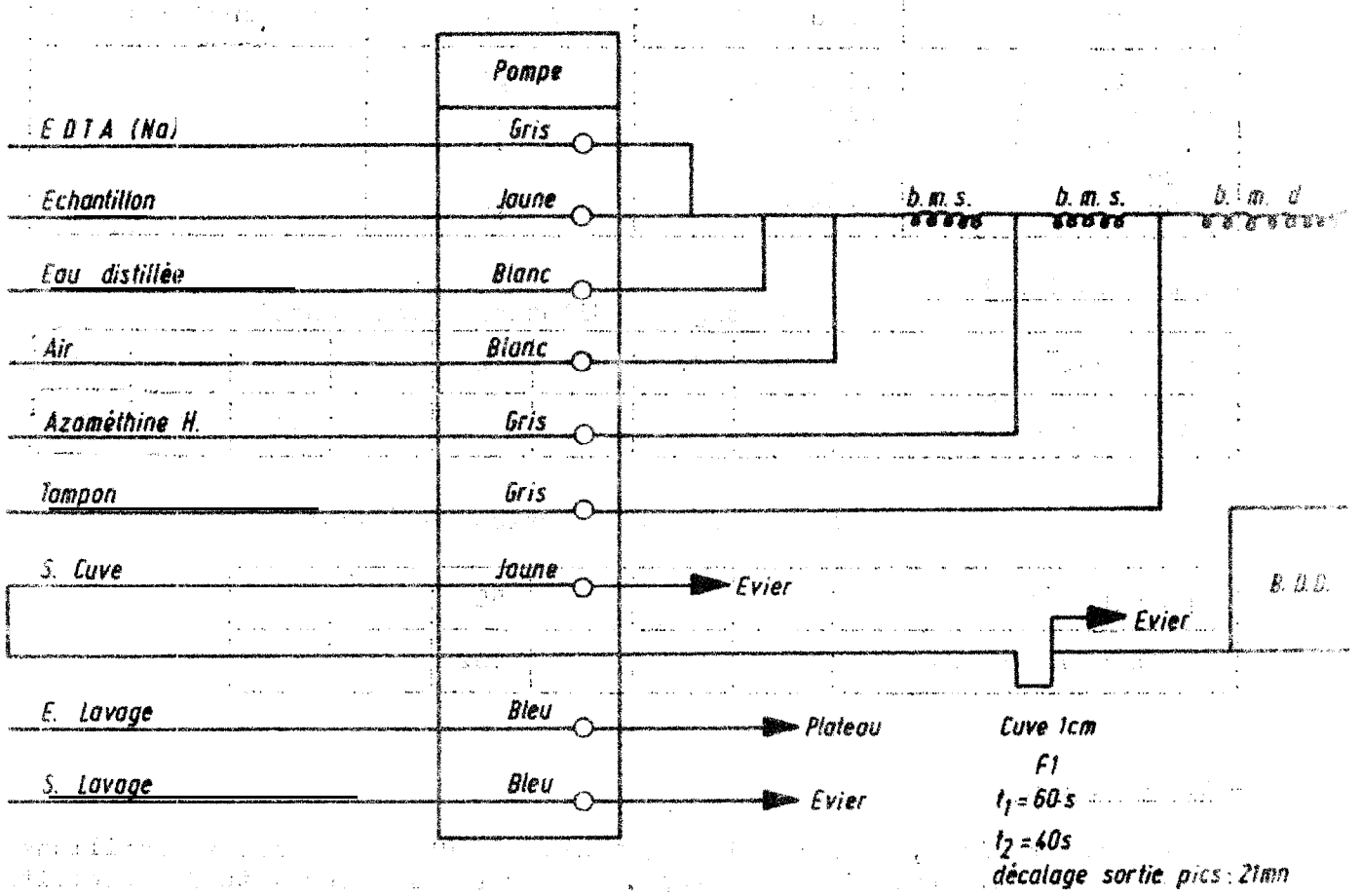
- Effet dépressif de l'acidité qui peut être jugé négligeable jusqu'à 7% environ de CH_3COOH, précitation en milieu HCl, effet négligeable de H_2SO_4 jusqu'à environ 1,2N puis interférence négative progressive.

- Pas d'influence des cations usuels (Ca, Mg, K, Fe, Mn).

ANNEXE I-9

DOSAGE DU BORE A L'AZOMETHINE H

MANIFOLD



Annexe I-10 : DOSAGE DE L'AZOTE ($NO_2^- + NO_3^-$) AU REACTIF DE GRIESS

- Réactifs

- Solution de $CuSO_4$, 5 H_2O à 2,5 g/l. Cette solution est à diluer à raison de 10 ml/l au moment de l'emploi (à conserver une semaine au:'- réfrigérateur).

- Réactif de coloration: Sulfanilamidc 20g + N-l Naphtyléthylène diaminc 1g dans 2 litres d'eau distillée contenant 200 ml de H_3PO_4 concentré (à conserver au maximum un mais au réfrigérateur).

- Soude 20 g/l

- Sulfate d'hydrozine à 2,57 g/l (à conserver au maximum 1 mois au réfrigérateur).

- Solution HC1 0,1N pour lavage 10 minutes du ma nifold en fin de passage

- Consommation de réactifs

Réactif	Code tube	Débit ml/mn	ml réactif/plateau
Eau distillée	violet blanc	3,3	270
$CuSO_4$, 5 H20	bleu	1,5	120
R. coloration	rouge	0,8	65
Soude	blanc	0,75	60
S.hydrozine	orange	0,45	40

- Gamme Qtalon type

Sans étage de dilution complémentaire

ppm $N(NO_3^-)$	0	0.5	1	2	4	6	8	10
hauteur pic on mm	0	18	41	81	135	163	174	180

Avec étage de dilution complémentaire

ppm $N(NO_3^-)$	0	10	25	50	75	100
hauteur pic en mm	0	73	126	162	172	177

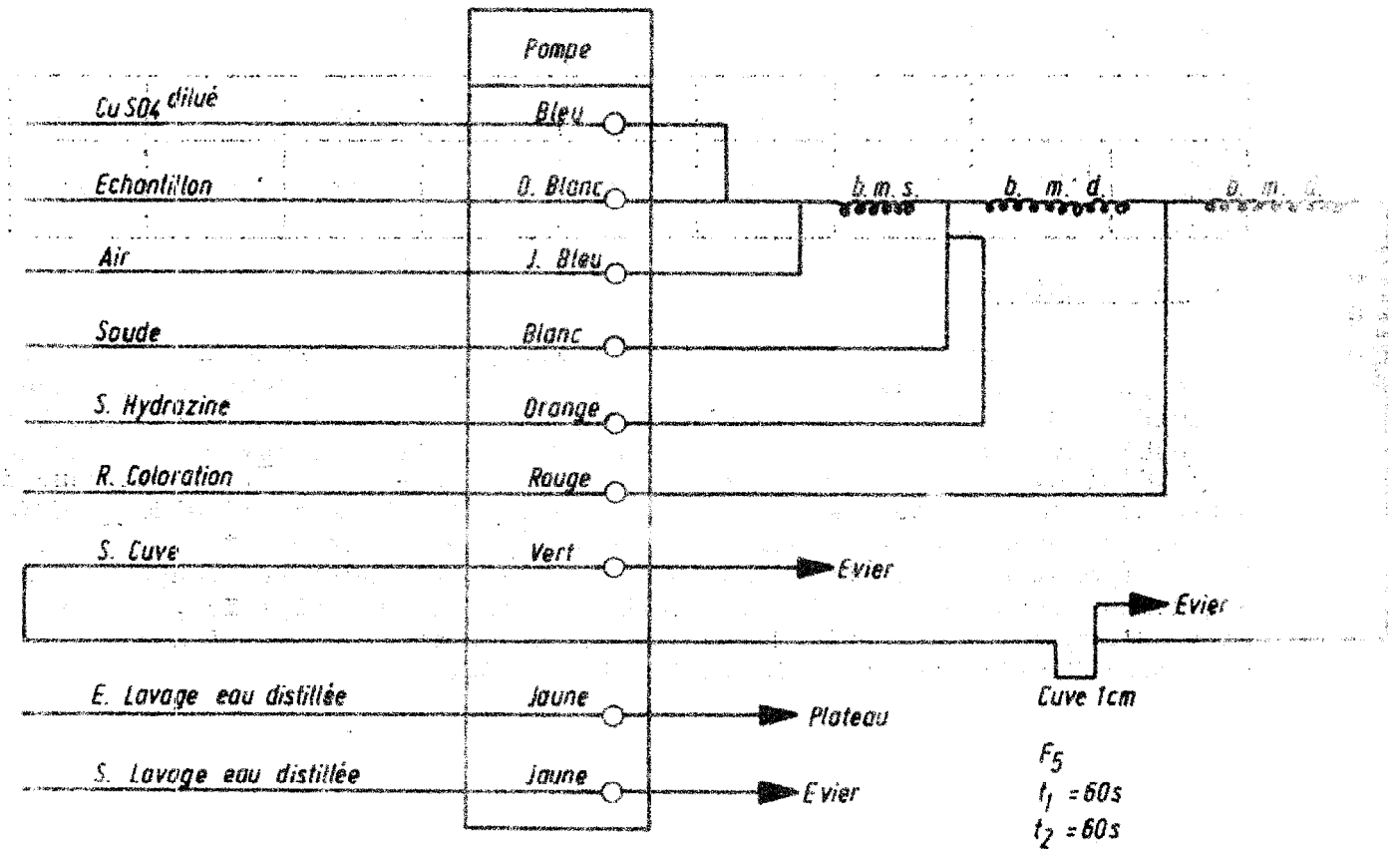
- Observations

Ne pas utiliser, si possible, de conservatour pour les échantillons en solution. Proscrire le formol. Le Lévor a la propriété de précipiter le réactif de coloration.

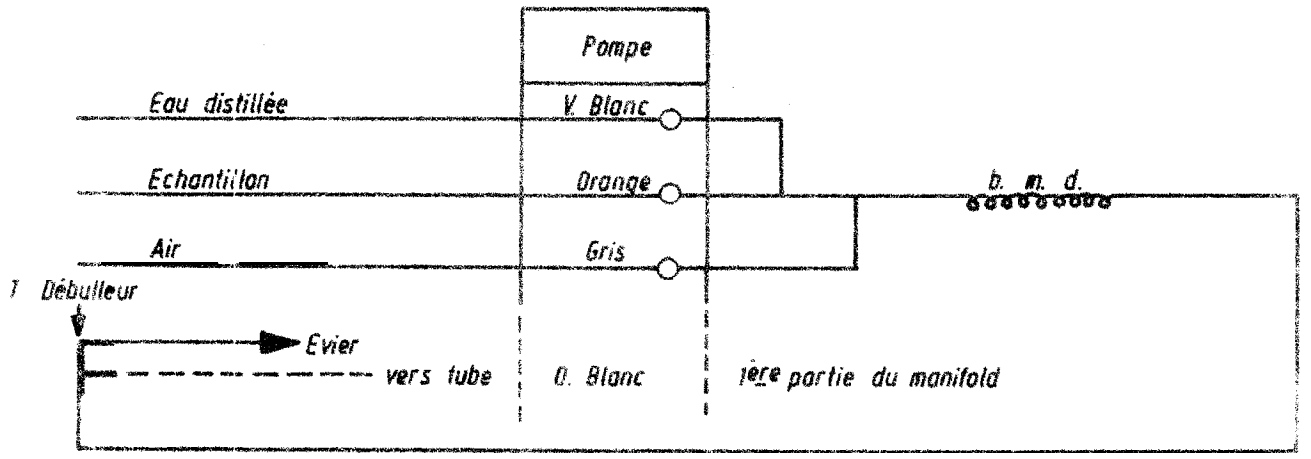
ANNEXE I - 10

DOSAGE DE L'AZOTE ($NO_2^- + NO_3^-$) AU REACTIF DE GRIESS

- MANIFOLD



ETAGE DE DILUTION COMPLEMENTAIRE



Annexe I-11 : DOSAGE NEPHELOMETRIQUE DES SULFATES

- Réactifs

- Chlorure de Baryum à 1% contenant 0,2% de Tween 20 (le Twean est ajouté lorsque la fiole jaugée est presque pleine de façon à éviter la formation de mousses trop abondantes).

- EDTA(Na) 40 g/l + Soude 9 g/l.
- Solution de S (K_2SO_4) à 30 ppm préparée par dilution 'une solution à 1000 ppm

Consommation de réactifs

Réactifs	Code tube	Débit ml/mn	Débit/plateau ml
S à 30 ppm	violet	2.00	160
$BaCl_2$	j.bleu	1.21/2	50
EDTA	j.bleu	1.21/2	50

Gamme étalon type

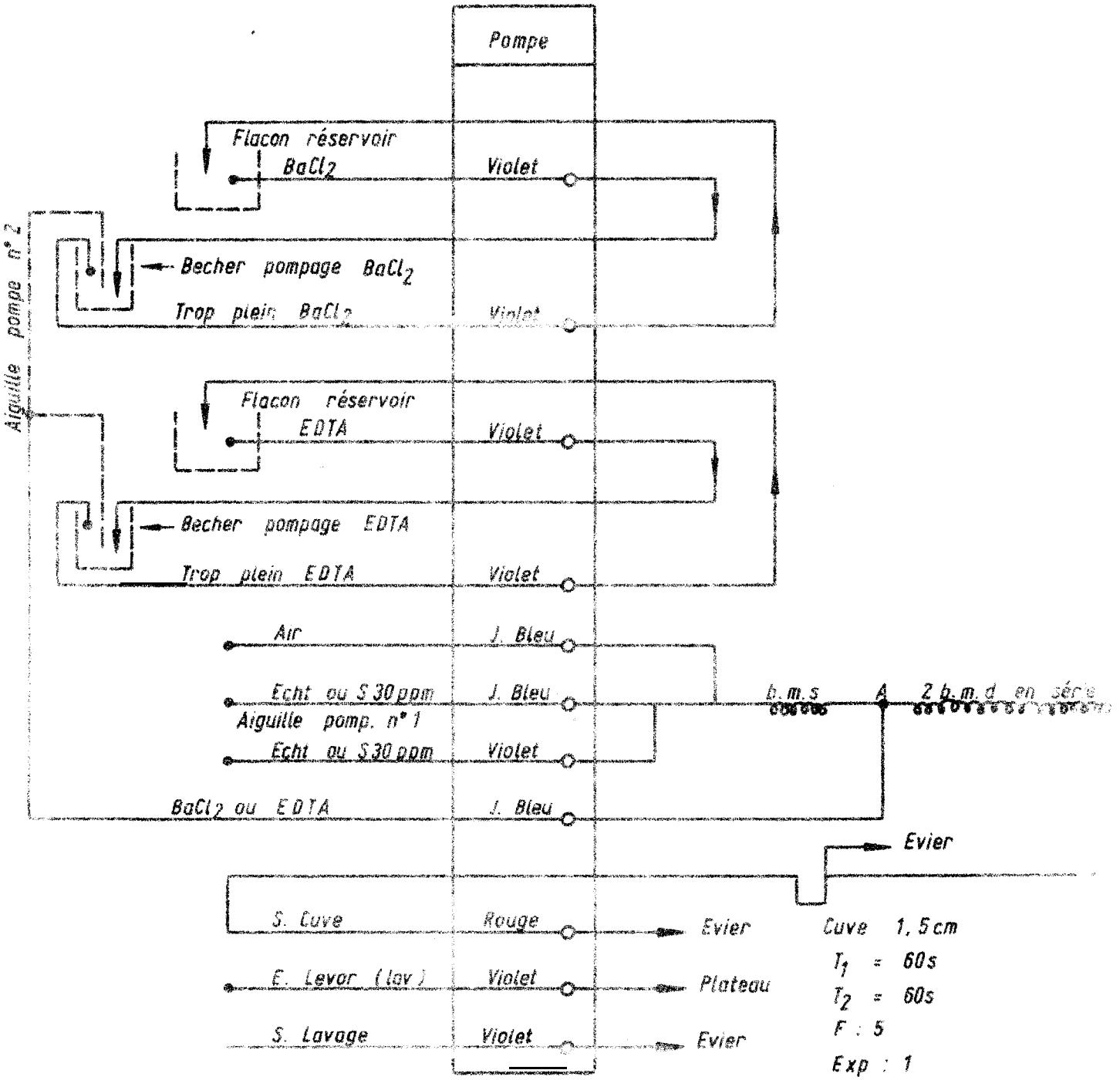
ppm S		0	10	20	30	40	50	60
Tube de pompe écht	j.bleu exp 1	21	55	114	132	146	154	162

- Observations

Le manifold est basé sur le principe de la formation de Sulfate de Baryum, le dépot de précipité dans le circuit est empéché par destruction du sulfate de baryum à l'aide d'EDTA(Na) entre deux pompages d'échantillons. Le double système de pompage a-pour but de permettre le pompage simultané de /EDTA(Na) - eau de lavage-/ et /échantillon - $BaCl_2$/. La langueur dos tubes de pompe est calculée de façon à ce que les flux de liquide /(EDTA et eau de lavage) ou (échantillon et BaCl2)/ arrivent en même tempe au confluent (point A du manifold) LB temps de transit depuis la plongée des 2 aiguilles étant de 1 mn 31 s ta courbe étalon est une sigmoïde, il est passible d'augmenter le seuil de détection on pompant une solution à 30 ppm de S pour "initialiser" la formation de Ba SO_4.

DOSAGE NEPHELOMETRIQUE DES IONS SO_4^{--}

MANIFOLD



A N N E X E I I

UTILISATION DU SPECTROPHOMETRE D'ABSORPTION ATOMIQUE P.E.306

D I V E R S

Il sera utile de se reporter au mode d'emploi détaillé fourni par le constructeur chaque fois que cela sera nécessaire. Cette annexe n'a pour but que de présenter l'appareil et de donner un apperçu des possibilités et de ses limites.

1 - Principe et fonctionnement

La spectrophotométrie d'absorption atomique est basée sur la loi établie par KIRCHOFF selon laquelle "tout corps chimique peut absorber les radiations qu'il émet lui-m@me dans des conditions déterminées". Un spectrophotomètre d'absorption atomique sera donc composé :

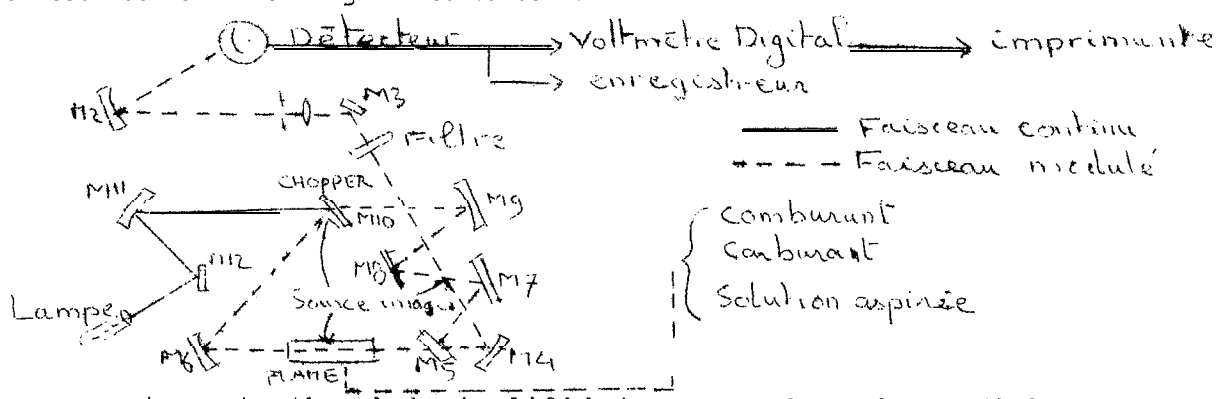
- d'une source émettrice de radiations (spectre de raies) caractéristique d'un élément (lampe à cathode creuse);

- d'un système permettant de séparer l'élément à doser de la combinaison chimique dans laquelle il est engagé , généralement en solution, pour obtenir un gaz d'atomes libres (ensemble aspirateur-nébuliseur -flamme ,permettant la dissociation thermique avec des résultats reproductibles des combinaisons chimiques de l'élément à analyser).

- un ensemble optique et électronique ayant pour but de sélectionner la raie choisie pour la mesure, de déterminer la proportion d'énergie de cette raie absorbée par le gaz d'atomes libres lors de la traversée de la flamme et de traduire cette proportion sous forme électrique mesurable soit par un voltmètre digital, soit par un enregistreur,

Généralement les spectrophotomètre d'absorption atomiqse sont pourvus d'un ensemble permettant leur utilisation en photométrie de flamme car les deux techniques sont très proches quant au matériel nécessaire à leur mise en oeuvre.

Le schéma de principe du fonctionnement du spectrophotomètrn p.o; 306 est donné à la figure suivante :



Le mode d'emploi simplifié du spectrophotomètre d'absorption atomique P.E. 306 sera donc le suivant :

- mise sous tension de l'appareil
- mise en place de la lampe appropriée et préchauffage de cette lampe pendant 10 à 20 minutes avant utilisation
- réglage de la pression des gaz combustibles et comburants ainsi que de leur débit, positionnement correct du bec bruleur et allumage de la flamme
- réglage des conditions optiques de travail (fente, longueur d'onde, filtre, sélection “émission - absorption”) ;

- vérification et éventuellement réglage du débit de pompage de la solution à analyser par le tube capillaire;
- choix du mode de fonctionnement et réglage de la réponse électronique de l'appareil (densité optique, concentration , enregistrement, etc...).

Les conditions particulières d'emploi pour les éléments usuelssont données au tableau 1.

2 - Les problèmes des interférences en absorption atomique

L'absorption atomique est une technique apparemment facile à mettre en oeuvre, ce qui la rend en réalité d'autant plus délicate à utiliser car si elle donne toujours un résultat, il peut parfois être entaché d'erreurs considérables à cause d'interférences pouvant se produire.

Si l'utilisation d'une source émettant un spectre de raies caractéristiques de l'élément à analyser permet de diminuer les interférences d'ordre spectral, elles peuvent parfois subsister. Toutefois l'emploi d'un appareil performant comme le P.E.306 (réseau à fort pouvoir de séparation, filtre permettant d'éliminer les harmoniques , fente réglable) permet encore d'améliorer la fiabilité de l'appareil dans le domaine des interférences spectrales.

Les perturbations d'ordre physique ont pour origine principale l'effet das propriétés physiques (viscosité, impuretés, etc...) de la solution à analyser sur le. rendement de la nébullisation. Il faut aussi rattacher à ce groupe les variationsdans la composition et les propriétés de la flamme.

Les perturbations d'ordre chimique sont les plus importantes.Elles peuvent être dues à un effet de "matrice" c'est-à-dire à la composition du milieu ayant servi à "solubiliser" l'élément à analyser. Généralement il est préférable d'opérer en milieu chlorydrique ou nitrique de composition la plus simple possible et de tenir compte de la composition de la matrice dans La fabrication des gammes étalons.

Les interactions chimiques Peuvent aussi être dues aux réactions chimiques qui peuvent avoir lieu entre les divers éléments constituant la solution au niveau de la flamme. En effet lorsque la solution du sel d'un élément est nébullisée dans une flamme le processus physico-chimique peut être décomposé successivement en : nébullisation -----> évaporation du solvant dans la flamme donc formation d'une solution sursaturée puis d'un composé solide -----> fusion et vaporisation de de ce composé dans la flamme -----> dissociation, excitation, ionisation du sel enphase vapour et réactions secondaires dans la flamme entres les atomes, radicaux libres et molécules diverses qui y sont présentes, ainsi que réaction entre ces divars produits et le comburant ou le combustible, ainsi que leurs produits de combustion.

Le problème est donc très complexe et nécessito une connaissance approfondie de la composition de la solution à analyser. Généralement la mise au point d'un dosage par absorption atomique comporte l'étude des effets des éléments susceptibles d'être mis en solution en même temps que l'élément à analyser sur la réponse de l'appareil.

Diverses méthodes peuvent être employées pour corriger ou minimiser les interférences chimiques, elles doivent tenir compte de la rapidité de réalisation des analyses. Parmi ces méthodes citons:

- la modification des conditions de flamme (oxydante ou réductrice, flamme chaude ou froide);

- la purification par des moyens chimiques du milieu d'analyse

- l'emploi de "tampons d'interférences" dont le plus utilisé est le Lanthano, il agit principalement en se combinant avec l'élément perturbateur de façon à former un composé plus stable que celui formé avec l'élément à doser, le strontium peut aussi être utilisé;

- l'addition de l'ion gênant en quantité telle que sa concentration, donc son effet, puisse être considéré comme constant ;

- l'emploi de chélateurs (EDTA - Oxino).

Tableau 1 : ABSORPTION ATOMIQUE

- Conditions générales de fonctionnement du Spectro AAS. P.E. 306

ELEMENT	1 Lampe mA	COMBURANT P	COMBURANT Débit	CARBURANT P	CARBURANT Débit	Fente	λ nm	Bec	Interf. possible	Réglage gammes Observations
Ca^{++}	10	Air 30	60	C_2H_2 8	30	4	422.7 normal 211.3 VIS	h. ou circul.	ClO_4^- 0.7 CH_3COO^- Mg^{++} Al^{3} PO_4^{3-} K^+ Fe- La	bec cran // linéaire 0 6 ppm bec cran 1 linéaire 0 10 ppm
Mg^{++}	6	Air 30	60	C2H2 8	30	4	285.2 UV	normal ou circul. h.07	CH_3COO^- Fa K	bec // linéiare 0 2 ppm bec cran 1 linéaire 0 4 ppm
K^+	Sans E M Chopper On	Air 30	60	C_2H_2 8	30	304	766.5 383VIS Filtre O N	h. normal ou circul.	CH_3COO^- Na'-Rb La Acides	bec // pas de linéarité bec cran 1 linéaire 0-20 ppm bec cran 2 linéaire 0-40 ppm
Na^{++}	Sans E M Chopper 9V	Air 30	60	C_2H_2 8	30	4	589.6 295 VIS	Normal ou circul	CH_3COO^- Al Si	λ = 330.2 pour sol.concentrée Na
Mn^{++}	20	Air 30	60	C2H2 8	30	3	279.5 U.V.	normal h.0.7	SiO_3 PO_4^{---} SO_4 CH_3COO^-	Aux concentrations usuelles plantes et sole pas de pbs d'interférence
Fe^{++}	30	Air 30	60	C_2H_2 8	45	3	248.3 U.V.	normal ht. 1.5 cm	BO_3 pions Na-K Mg - Ca Al -TiMn	" "
Zn^{++}	15	Air 30	60	C_2H_2 8	30	4	213.8 U.V.	normal h= 0.7	Anions K-Ca Si-Al. Fe	" "
Cu^{++}	16	Air 30	60	C2H2 8	30	4	324.8 U.V.	normal h = 0.7	Nulles	" "
Al^{3+}	25	N_2O 60	80	C_2H_2 8	30	4	309 U.V.	protoxy de	Anions (-) La (++) Fe (-)	

Tableau 2 : Corraspondanccs et Solution étalon à 1 g/l des éléments usuels

Elément (1)	Correspondance ppm me.p.100 g R = N×(F1)	Oxyde (2)	F (2)=(1)× F2	Sel utilise pour les solutions étalons	Qté sel en mg pour obtenir 1g d'élément
Al^{+++}	0.0111	Al_2O_3	1.869	Al en bande+ HCl	1000
B				BO_3H_3	5717.9
Ca^{++}	0.0050	CaO	1.40	$CaCO_3$ + HCl	2500.G
Cl^-	0.0028			NaCl	1645.1
CU^{++}	0.0031	Cu O	1.252	$CuCl_2$, $2H_2O$	2602.1
Fe^{+++}	0.0054	Fe_2O_3	1.429	Fe RP + HC1	1000.0
Mg^{++}	0.00822	MgO	1.658	$MgCl_2$, $6H_2O$ ou Mg attaqu $HCl-H_2SO_4$	8359.4
Mn^{++}	0.00364	Mn O_2 Mn O	1.502 1.296	$KMnO_4$ ou $MnCl_2$, $4H_2O$	2876.4 3602.8
$N(NH_4)^+$	0.00744			SO_4 $(NH_4)_2$	4714.3
N(NO4)	0.00714			NO_3K	7221.4
Mo		Mo_2O_3	1.250	heptamolybdate	1840.4
$P(PO_4^-)$	0.00969	P2O5	2.290	PO_4 H_2K	4387.1
K^+	0.00256	K_2O	1.205	KCl Séché	1910.3
Na^+	0.00435	Na_2O	1.348	NaCl Séché	2543.5
$S(SO_4^-)$	0.00625			K_2SO_4 Séché	5446.3
Sr		SrO	1.183	SrC12, $6H_2O$	3143.2
Ti		TiO_2	1.660	K_2 Ti F_6	500E.3
Zn		ZnO	1.245	Zn RP t HC1	1000.0
Si		SiO_2	2.143	SiO_2ou(SiO_2+Na_2O 5 H_2O)	2143
$N(NO_2^-)$	0.00714			Na NO_2	4923.6

ISRA
INRA BAMBEY
SRISOLAB

ANALYSE D'ECHANTILLONS DE SOLS

DEMANDE D'ANALYSES

Service demandeur : _____

Financement : _____

Fiche n° _____ à _____

N° SRI Solab _____ à _____

Date de réception des échantillons : _____

Provenance : Région : _____ Lieu : _____ Localisation : _____

Campagne : _____ Date de prélèvement : _____

Nom de l'essai : _____

Renseignements : _____

Utilisation : _____

Culture : _____

Façons culturales : _____

Autres : _____

Détail des traitements : _____

Analyses demandées

Pb (préciser)	
granulo (préciser)	
C	
N	
Bases. capc ech.	
PF (préciser)	
P_2O_5 (préciser)	
Bases totales (préciser)	
Conductivité (préciser)	
Bilan ionique	

Nombre d'horizons : _____

Nombre de traitements : _____

Nombre de répétitions : _____

Nombre d'échantillons : _____

	SRI	SRI-Solab
VISA		

Priorité : _____

Bloc sous-sol de conservation des échantillons

ORSTOM
IRA BAMBEY
SRISOLAB

ANALYSE D'ECHANTILLONS D'EAUX

DEMANDE D' ANALYSES

Service demandeur : _____

Financement : _____

Date de réception des échantillons : _____

Fiche n° _____ à _____

N° SRI Solab _____ à _____

Provenance : Région : _____ Lieu : _____ Localisation : _____

Date de prélèvement : _____

Origine des eaux : _____

Nom de l'essai : _____

Renseignements : _____

Détail des prélèvements : _____

Nombre d'échantillons : _____

Observations :

Analyses demandées :

Pb
Conductivité
Résidu sec
4 Cations
4 Anions
5 Anions

	SRI	SRISolab
VISA		

Date limite souhaitée de conservation des échantillons
Mois ..... Année .....
(maxi : 3 mois après analyses)

ISRA
CNRA BAMBEY
SR/SOLAB

ANALYSE D'ECHANTILLONS DE PLANTES

DEMANDE D'ANALYSES

Dossier a

N° SR/Solab ..... à .....

Date de réception des échantillons : .....

Nature : .....

Organe : ..... Age : .....

Provenance : Lieu : ..... Province : ..... Campagne : .....

Nom de l'essai : .....

.....

Service demandeur : .....

Détail des traitements :

Nombre de traitements : .....

Nombre de répétitions : .....

Nombre d'échantillons

Observations :

Analyses demandées :

Humidité	%	
N	%	
P	%	
K	%	
Ca	%	
Mg	%	
Mn	ppm	
Fe	ppm	
Zn	ppm	
Cu	ppm	
Mo	ppm	
B	ppm	
Cl	‰	
Al	‰	
S	%	

Mettre une croix dans la case correspondante

	SR/	SR/Solab
VISA		

Date limite souhaitée de conservation des échantillons : Mois ..... Année .....

Série : Fiche N°

Identité		
N° du laboratoire		
Profondeur en cm		
Extrait aqueux 1/5	CE Mhos 10^{-6}/cm	
	pH	
	sels solubles mg/100	
pH		Pâte
	eau	Susp. 1/2,5
	KCL	Susp. 1/2,5
Calcaire total %		
Humidités en % de la terre sèche	Au champ	
	à pF 4,2	
	à pF 3,0	
	à pF 2,5	
Granulométrie % φ microns	Mat. organique	
	Argile -2-	
	Limon 2-50	
	Sables 50-100	
	Sables 50-200	
	Sables 200-2000	
Densité		
Carbone total ‰		
Azote	Total ‰	
	Minéral ‰	
Rapport C/N		
Phosphore ‰	Soluble	
	Précipitable	
P_2O_5	Total ‰	
	Assimilable ppm	
Fe_2O_3	Total %	
	Libre %	
Complexe adsorbant en meq/100 g	Ca	
	Mg	
	Na	
	K	
	Somme	
	T	
	V = S/T x 100	
Cations en meq/100 g	Ca	
	Mg	
	Na	
	K	
	Somme	
Anions Toxiques ‰	Cl	
	SO_4	
Observations		

Série **Fiche' N°**

Identité de l'Echantillon		
N° du Laboratoire		
Aspect		
Odeur		
Mat. organique mg Oxy/		
Résidu sec		
CF 25° Mhos 10^{-3}/cm		
pH		
Anions (usuels) me/L	CO_3	
	CO_3H	
	Cl	
	SO_4	
	NO_3	
	Somme	
Anions mg/L	CO_3	
	CO_3H	
	Cl	
	SO_4	
	NO_3	
	P_2O_5	
	SiO_2	
Cations (usuels) me/L	Ca	
	Mg	
	Na	
	K	
	Somme	
Cations mg/L	Ca	
	Mg	
	Na	
	K	
Paramètres	Fe_2O_3	
	TAS	
	PSE	
	Classe	
Observations		

ISRA
CNRA BAMBEY
SR / SOLAB

ANALYSE D'ÉCHANTILLONS DE PLANTES

TABLEAU DE RÉSULTATS

Dossier n° .....

N° SR/Solab ..... à .....

Service demandeur .....

Date de réception des échantillons : .....

Nature : .....

Organe : .....

Provenance : Lieu : ..... Région : ..... Campagne : .....

Nom de l'essai : .....

Elément analysé

RÉPÉTITIONS / TRAITEMENTS										