

A 72 0061

## TECHNIQUES DE DOSAGE DES NITRATES PAR IONOMÉTRIE DANS LES PÉTIOLLES DE COTONNIER

### A - DOSAGE DES NITRATES PAR IONOMÉTRIE

#### 1) Principe de la méthode

Le dosage consiste à mesurer l'activité de l'ion nitrate en solution, sachant que cette activité est à peu près proportionnelle à sa concentration.

Cette mesure d'activité se fait à l'aide d'une électrode ionique spécifique des nitrates qui engendrent par rapport à une électrode de référence une différence de potentiel variable avec l'activité (c'est-à-dire la concentration) de l'ion en solution. La relation entre l'activité de l'ion et le potentiel de l'électrode est logarithmique :

$$E = E_a + 2,3 \frac{RT}{nF} \log A$$

E : potentiel total mesuré du système.

E<sub>a</sub> : potentiel dû à l'électrode de référence.

RT

2,3 — : facteur de Nernst (caractéristique de l'ion étudié).

nF

A : activité de l'ion dans l'échantillon.

L'échangeur d'ions spécifiques aux nitrates est particulièrement sélectif, par rapport aux autres anions communs dans les plantes, ce qui évite toute manipulation destinée à éliminer les ions interférents.

Le dosage consiste, en fait, à placer les échantillons à analyser par rapport à une gamme de solutions de concentrations en azote nitrique connues.

#### 2) Technique de dosage

##### — Préparation de la gamme

D'une solution-mère contenant 200 mg/litre de nitrates, c'est-à-dire 6,37 g de nitrate de potassium dans 100 cc d'eau déminéralisée, on prélève x cc à diluer dans 100 cc d'eau déminéralisée. On fabrique ainsi des échantillons contenant  $2x$  mg de nitrates ou en concentration  $\frac{2x}{10}$  mg de nitrates par litre.

Il est commode de prendre x = 2,5 ; 5 ; 50 ; 100.

Les indications inscrites sur le ionomètre sont reportées sur un papier millimétré à échelle semi-logarithmique (échelle logarithmique pour les concentrations, échelle décimale pour les indications du ionomètre). On obtient ainsi une droite de coefficient

angulaire négatif, le potentiel de l'électrode augmentant négativement lorsque l'activité de l'ion nitrate s'intensifie.

##### — Préparation des échantillons et mesure

Du fait de la grande solubilité des nitrates, il est très facile de les mettre en solution par simple agitation dans l'eau déminéralisée pour le matériel végétal et dans une solution de chlorure de calcium à N/100 pour les échantillons de terre.

L'échantillon est donc agité sur un agitateur rotatif pendant 30 minutes. Ensuite, la solution est filtrée sur filtre à plis et le filtrat recueilli dans des fioles jaugées de 100 cc.

Le filtrat, après avoir été ajusté à 100 cc, est passé au ionomètre.

Cette méthode d'analyse est très rapide comparée à la méthode d'analyse par distillation puis dosage titrimétrique. En effet, une observation faite sur une série de 30 échantillons a montré qu'il faut environ 5 heures pour aller de la prise de l'échantillon au dosage final, soit 10 minutes par échantillon, alors que, dans l'autre méthode, la distillation seule demande environ 20 minutes par échantillon.

### B - ÉTUDES D'ÉCHANTILLONNAGE

Comme dans la plupart des cas, la qualité des observations sur le contrôle de la nutrition azotée par analyses foliaires ou pétiolaires est fonction des méthodes d'échantillonnage. Ces études ont souvent été différées et remplacées par un certain nombre d'hypothèses de travail qui peuvent être infirmées ou confirmées par l'utilisation d'un ionomètre, permettant un grand nombre de résultats analytiques.

Il a été étudié successivement :

- la fidélité de la méthode de dosage ;
- les différentes techniques d'échantillonnage ;
- le volume de l'échantillon représentatif ;
- les variations des teneurs en NO<sub>3</sub><sup>-</sup> selon la position de la feuille au sommet du plant.

#### 1) Fidélité de la méthode de dosage de NO<sub>3</sub><sup>-</sup> par ionométrie

La fidélité envisagée de la méthode de dosage est celle allant de l'extraction jusqu'au dosage proprement dit et non pas la fidélité du seul ionomètre.

*Méthode utilisée*

Sur un champ d'un hectare cultivé de façon homogène, prélèvement de 400 pétioles pour constitution d'un échantillon homogène.

Broyage des pétioles frais.

Prise d'un échantillon élémentaire d'environ 2 grammes.

Détermination simultanée du poids sec.

Extraction des nitrates à l'eau, dans 100 ml d'eau déminéralisée.

Agitation pendant 30 minutes.

Filtration et dosage.

Les huit dosages élémentaires réalisés ont donné le résultat suivant :

3 147 p.p.m. de  $\text{NO}_3^- \pm 80$  p.p.m.

L'erreur relative de la méthode utilisée est de 2,60 %, ce qui peut être considéré comme très satisfaisant.

## 2) Comparaison des techniques de prélèvement

Cette étude a été faite à partir de trois séries d'échantillons prélevés dans les conditions suivantes :

— MAROUA (Cameroun)

Fumure :

N = 40 ; S = 11 ;  $\text{P}_2\text{O}_5 = 40$  ;  $\text{K}_2\text{O} = 32$  ;  $\text{B}_2\text{O}_3 = 2$ .

200 pétioles, séparés en 20 échantillons élémentaires de 10 pétioles, prélevés selon la méthode I.R.C.T. (feuille à l'aisselle d'une fleur ouverte le jour du prélèvement). Dosage sur matériel frais.

Niveau de floraison : 7,6.

— COVE (Dahomey)

Fumure :

N = 10 ; S = 11 ;  $\text{P}_2\text{O}_5 = 40$  ;  $\text{K}_2\text{O} = 60$  ;  $\text{B}_2\text{O}_3 = 0$ .

200 pétioles prélevés selon la méthode I.R.C.T., dosages sur matériel sec, sur 10 échantillons élémentaires de 20 pétioles.

Niveau de floraison : 6,1.

— COVE (Dahomey)

Mêmes conditions que précédemment, mais pétioles prélevés selon la méthode U.S.A. (4<sup>e</sup> feuille à partir du sommet du plant).

Dans les trois cas, la mensuration des pétioles a été faite pour pouvoir comparer les deux méthodes d'échantillonnage : dosage de  $\text{NO}_3^-$  et longueur des pétioles.

### Résultats expérimentaux pour $\text{NO}_3^-$

MAROUA (I.R.C.T.) moyenne :  $6\,440 \pm 1\,440$  p.p.m.

(P = 0,95)

$\sigma$  : 3 150

erreur relative : 22,4 %

COVE (I.R.C.T.) moyenne :  $1\,320 \pm 270$  p.p.m.

$\sigma$  : 423

erreur relative : 20,4 %

COVE (U.S.A.) moyenne :  $988 \pm 46$  p.p.m.

$\sigma$  : 72

erreur relative : 4,6 %

### Résultats expérimentaux pour la longueur du pétiole

MAROUA (I.R.C.T.) moyenne :  $100,8 \pm 3,4$  mm  
(P = 0,95)

$\sigma$  : 21,6

erreur relative : 3,3 %

COVE (I.R.C.T.) moyenne :  $59,8 \pm 1,4$  mm

$\sigma$  : 9,93

erreur relative : 2,3 %

COVE (U.S.A.) moyenne :  $77,0 \pm 1,0$  mm

$\sigma$  : 7,41

erreur relative : 1,2 %

Dans le cas particulier d'une étude des nitrates, la méthode U.S.A. est donc très précise par rapport à la méthode I.R.C.T. qui, d'autre part, ne permet pas d'effectuer des prélèvements avant la floraison.

## 3) Détermination du volume de l'échantillon

On admet que la distribution des résultats est sensiblement normale et, selon BOEUF et VESSEREAU, que l'écart type reste le même pour tout autre échantillon.

Le nombre d'échantillons peut être donné par la formule :

$$N = \left( \frac{2\sigma}{p} \right)^2, \text{ p étant la précision souhaitée à la probabilité de } 0,95.$$

En se fixant comme précision souhaitée  $p = \bar{x}$ , les résultats de l'étude précédente donnent les chiffres suivants :

MAROUA N = 940

COVE I.R.C.T. N = 780

COVE U.S.A. N = 85

L'intérêt de la méthode U.S.A. est donc confirmé et on peut admettre que 100 pétioles prélevés sur un champ d'un hectare constituent un échantillon représentatif et homogène de la parcelle.

## 4) Variations de la teneur en $\text{NO}_3^-$ dans les pétioles du sommet du plant

La technique U.S.A. étant définitivement adoptée pour le dosage pétiole des nitrates dans le cotonnier, il est intéressant d'avoir une idée précise sur les fluctuations des teneurs en nitrates sur les feuilles du sommet du plant voisines de la quatrième feuille.

Cette étude a été réalisée sur un échantillon obtenu à partir de 400 pétioles. Les résultats sont les suivants :

Positions	Teneur en $\text{NO}_3^-$ (ppm)
1 <sup>re</sup> feuille .....	980
2 <sup>e</sup> feuille .....	1 320
3 <sup>e</sup> feuille .....	1 750
4 <sup>e</sup> feuille .....	1 590
5 <sup>e</sup> feuille .....	1 960
6 <sup>e</sup> feuille .....	2 880

Les variations sont donc très faibles aux environs de la quatrième feuille, ce qui permet une erreur

d'une position dans le prélèvement de part et d'autre sans entraîner une erreur importante (2 % environ).

### C - CONCLUSION

La précision des dosages des nitrates par ionométrie est remarquable ; cette méthode permet de résoudre rapidement les problèmes d'échantillonnage du fait de la rapidité de la technique de dosage.

Ces premiers résultats constituent une mise au point de la technique de dosage des nitrates par ionométrie en vue d'une étude précise de la dynamique des nitrates dans le sol en culture cotonnière et de ses relations avec la physiologie de la nutrition azotée de la plante.

M. BRAUD  
et J. DUBERNARD.