

234

1061

REPUBLIQUE DU SENEGAL
MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR
ET DE LA
RECHERCHE SCIENTIFIQUE

SECRETARIAT D'ETAT
A LA
RECHERCHE SCIENTIFIQUE
ET TECHNIQUE

(A. N. / I. D.)

JUILLET 62

ADAPTATION AUX CONDITIONS LOCALES
DE LA METHODE DE MINERALISATION
DE
B. EVENHIUS
POUR L'ANALYSE DES ECHANTILLONS VEGETAUX
PAR

A. NDIAYE - R. OLIVER
INGENIEUR CHIMISTE A L'ISRA
INGENIEUR IRAT DETACHE AUPRES DE L'ISRA

(DOCUMENT TECHNIQUE A DIFFUSION RESTREINTE)

INSTITUT SENEGALAIS DE RECHERCHES AGRICOLES
CENTRE NATIONAL DE RECHERCHES AGRONOMIQUES
BAMBEY.

ERRATA

=====

PAGE	N° PARAGRAPHE	AU LIEU DE	LIRE
1	1. Introduction	(Absorption atomique au)	(Absorption atomique ou
2	2.2 Méthode Evenhuij	(placés dans les tubes d'essai) - auxquels - 270° Remarques. Colonne (1) phase de refroidissement à ordinaire	(placés dans les tubes à essais) auxquels - 270°C phase de refroidissement à température ordinaire
3	" "	Il est indispensable d'ajouter la précipitation des sels de calcium. Colorimétrie automatique au	Il est indispensable d'ajouter la précipitation des sels de calcium. Les dosages proprement dits sont effectués par - colorimétrie automatique
	 ou au phosphomolybdate	et au phosphomolybdate
		et absorption atomique après pour les ions K Ca Mg	et absorption atomique ou photométrie de flamme après pour les ions K Ca Mg
5	3.3 5 Magnésium	Il s'agit d'échantillon	Il s'agit d'échantillons
7	4. Conclusions	Une présence constante	une présence constante

REPUBLIQUE DU SENEGAL
MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR
ET DE LA
RECHERCHE SCIENTIFIQUE

SECRETARIAT D'ETAT
A LA
RECHERCHE SCIENTIFIQUE
ET TECHNIQUE

(A. N. / I. D.)

JUILLET 82

ADAPTATION AUX CONDITIONS LOCALES
DE LA METHODE DE MINERALISATION
DE
B. EVENHIUS
POUR L'ANALYSE DES ECHANTILLONS VEGETAUX
PAR

A. NDIAYE - R. OLIVER

INGENIEUR CHIMISTE A L'ISRA
INGENIEUR IRAT DETACHE AUPRES DE L'ISRA

(DOCUMENT TECHNIQUE A DIFFUSION RESTREINTE)

INSTITUT SENEGALAIS DE RECHERCHES AGRICOLES
CENTRE NATIONAL DE RECHERCHES AGRONOMIQUES
BAMBEY.

1 - INTRODUCTION

L'analyse minérale des plantes à but agronomique nécessite généralement deux minéralisations séparées. L'une (attaque Kjeldahl) pour le dosage de l'azote total, l'autre (voie sèche ou voie humide) pour le dosage des éléments P, K, Ca, Mg. Compte tenu de l'utilisation des méthodes automatiques (colorimétrie sur chaîne technicon) ou très rapides (Absorption atomique au photométrie de flamme) de dosage final, la mise en solution des éléments à analyser est donc le facteur limitant principal du "rendement" d'un laboratoire.

De nombreux auteurs ont essayé de mettre au point une méthode de minéralisation valable pour l'ensemble des éléments à analyser (FASSBENDER - KENNER et Coll. - BATEY et Coll.). Nous avons nous mêmes, publié une technique (OLIVER) allant dans le même sens, toutefois son utilisation en analyse de routine s'est avérée délicate car la matrice de dosage, riche en sels de sodium, à tendance à encrasser le système de nébulisation du spectrophotomètre d'absorption atomique.

EVENHIUS et Coll. ont mis au point une technique de minéralisation par voie humide utilisant comme seuls réactifs d'attaque l'acide sulfurique et l'eau oxygénée. Nous avons essayé d'adapter cette méthode au matériel et au type d'échantillons analysés au laboratoire.

2 - MATERIEL ET METHODES

Le laboratoire doit analyser des échantillons de nature très variée. Nous avons choisi, pour comparer les résultats obtenus par la méthode EVENHIUS à ceux obtenus par les méthodes utilisées au laboratoire (référence), des individus présentant la gamme de variation la plus étalée possible (cf. annexe I).

Bien que la sélection des échantillons ait été faite sur le critère des teneurs en azote, le diagramme (I) montre bien que la variabilité recherchée à ce niveau est aussi valable pour les autres éléments analysés. Il montre aussi que les échantillons choisis couvrent bien (pour tous les éléments), l'ensemble du domaine analytique possible.

21 - Méthodes de référence :

L'azote est minéralisé selon la méthode KJELDAHL soit par attaque au BD20 Technicon (p.E. 500 mg + 10 ml H₂SO₄ 36N + 5 g de catalyseur (K₂SO₄-Se) + 5 ml H₂O₂ à 110 volumes puis attaque 3 heures sur bloc préchauffé à 350°C) soit par attaque en matras sur rampe chauffante électrique pour les échantillons oléagineux. (p.E. 150 mg + 3 ml H₂SO₄ 36N + 1g Na₂SO₄ + 3 ml H₂O₂ à 1 %).

Les autres éléments sont minéralisés par voie sèche selon la technique décrite par le C.I.I. (PINTA - de WAELLE). (p.E : 1 g - minéralisation pendant 2 heures à 250°C puis 3 heures à 600°C, reprise chlorhydrique des cendres, double minéralisation après destruction du squelette siliceux à l'acide fluorhydrique lorsque la détermination des oligoéléments est demandée).

Les dosages proprement dits sont effectués par :

- colorimétrie automatique au dichloroisocyanurate de sodium pour l'azote total, et au phosphovanadomolybdate d'ammonium pour le dosage des ions phosphates ;

- photométrie de flamme ou Spectrophotométrie d'absorption atomique en milieu Lanthane pour le dosage de K, Ca et Mg.

22 - Méthode

Le mode opératoire de la méthode est décrit en détail par l'auteur, toutefois pour tenir compte du matériel disponible au laboratoire et après quelques essais préliminaires, nous avons adopté la technique suivante :

- L'attaque est effectuée dans des tubes à essais de diamètre 25 mm et hauteur 250 mm jaugés à 50 ml placés dans les alvéoles (28 trous de diamètre 26 mm) d'un bloc d'aluminium chauffant thermostaté dont la température peut être réglée avec précision entre 50 et 300°C. La prise d'essai est de 500 mg d'échantillons (placés dans les tubes d'essais parfaitement secs) auxquels on ajoute 2,5 ml d'acide sulfurique 36 N. Après homogénéisation à l'aide d'un "agitateur de tube à essai", l'échantillon est laissé au repos une nuit.

Le lendemain, le bloc chauffant est porté à la température de 270° et la série d'attaque (28 tubes) est divisée en 2 sous-séries A et B de 14 tubes.

Le schéma suivant illustre alors la succession des opérations effectuées au cours de la journée de travail.

Phases de l'attaque et chronologie						
Durée de l'attaque	(I)		(II)		(III)	
	10 mn	10 mn	10 mn	10 mn	20 mn	20 mn
Sous série A	ajout de 1 ml de H ₂ O ₂ à 30% puis chauffage.	repos à ordinaire	ajout de 0,5 ml de H ₂ O ₂ puis chauffage à 270°C	repos à ordinaire	Destruction à 270°C de l'excès de H ₂ O ₂	addition de 30 à 35 ml d'eau par tube pour éviter la précipitation des sels de calcium
Sous série B		ajout de 1 ml de H ₂ O ₂ à 30% puis chauffage	repos à ordinaire	ajout de 0,5 ml de H ₂ O ₂ puis chauffage à 270°C	repos	Destruction à 270°C de H ₂ O ₂
Remarques	4 ajouts successifs de 1 ml de H ₂ O ₂ à 30 % suivis d'une attaque à 270° pendant 10 mn et séparés par une phase de refroidissement à ordinaire d'une durée de 10 mn.			décoloration progressive de la liqueur d'attaque. Le nombre d'ajouts est variable et on effectue 2 ajouts supplémentaires après décoloration		- phase finale de l'attaque (Destruction de l'eau oxygénée en excès - vérification de l'efficacité de la minéralisation).

La minéralisation consiste donc en une succession de phases d'attaque (Bloc chauffant à 270°C), en présence de petite quantité d'eau oxygénée à 30 %, et de repos à température ordinaire pour éviter une thermodestruction trop rapide de l'eau oxygénée qui l'empêcherait d'agir sur la matière végétale.

Le nombre d'ajouts d'eau oxygénée est limité au minimum pour obtenir une décoloration complète de la liqueur d'attaque. Il se peut qu'au moment de la destruction de l'eau oxygénée en excès (phase III), celle-ci redevienne brune. Dans ce cas on essaye d'ajouter 2 à 3 gouttes de H₂O₂ par tube et cela suffit parfois à provoquer une décoloration complète et durable. Si ce n'est pas le cas on reprend la succession des additions de 0,5 ml d'eau oxygénée (2 à 3 additions) avant de passer à la phase III de la minéralisation.

Il est indispensable d'ajouter au minéralisat encore chaud, une assez grande quantité d'eau pour empêcher la précipitation des sels de calcium.

Après refroidissement, les tubes sont ajustés à volume avec de l'eau distillée puis bouchés et homogénéisés.

- colorimétrie automatique au dichlorocyanurate de sodium pour l'azote ammoniacal ou au phosphomolybdate d'ammonium après réduction à l'acide ascorbique à chaud pour les ions phosphate et absorption atomique après dilution au 1/20 des échantillons, en milieu Lanthane pour les ions K, Ca, Mg.

3 - RESULTATS ET DISCUSSION DES RESULTATS

31 - Conduite de la minéralisation

Les essais ont porté sur des échantillons de nature très variée et le nombre d'ajouts de 0,5 ml de H₂O₂ nécessaires pour obtenir la décoloration de la liqueur d'attaque en dépend (cf. tableau I).

Tableau : Nombre de minéralisations nécessaires pour obtenir une attaque complète.

Nature de l'échantillon	Arachide	Mil	Mil	Mais	Mais	Mais	Soja	Soja	Soja	Coton	Coton	Riz	Riz	Divers	Arachide
	graine	graine	graine	feuilles	graines	graines	feuilles	graines	graines	graines	graines	graines	graines		graine
Nbre d'ajouts	11	4	5	11	4	4	9	10	10	4	4	11	4	12	8
Remarques				x			x		x			x			

Pour les échantillons notés en "remarque" sur le tableau, il peut y avoir une recoloration du minéralisat lors de la troisième phase de la minéralisation et la série des ajouts de 0,5 ml d'eau oxygénée est à reprendre.

On remarque que les échantillons siliceux (paille de riz, feuilles de maïs) ou oléagineux (arachide graines, soja grains) sont difficiles à minéraliser (10 ajouts ou plus).

32 - Variabilité inter série des résultats

Chaque série d'attaque comprend un échantillon témoin (feuille de maïs) traité dans les mêmes conditions que les autres échantillons de la série. Sur 12 séries consécutives, la variabilité des résultats obtenus est la suivante :

Tableau 2 : Variabilité, intersérie des résultats.

Eléments	Nb de résultats	Valeurs			C.V. % méthode testée	C.V. % méthode C.I.I.
		Min.	Max.	Moy.		
N %	12	2.94	3.32	3.108	0.13	4.2
P %	12	.363	.400	0.384	0.0099	2.6
K %	12	1.88	2.11	2.027	0.088	4.3
Ca %	12	1.00	1.22	1.129	0.0587	5.2
Mg %	12	.305	0.330	0.0092	0.314	2.9

Sauf pour P et Mg, cette variabilité est assez élevée, mais elle est le fait de un ou deux des résultats individuels, les autres étant bien regroupés autour de la valeur moyenne. Les coefficients de variation sont du même ordre de grandeur que ceux obtenus par les méthodes de référence sur le même nombre de séries consécutives d'analyse ; on peut donc considérer la méthode EVENHIUS comme ayant une reproductibilité voisine de celle des méthodes de référence.

33 - Comparaison des résultats par couples :

Pour chaque couple de résultat analytique (méthode de référence - méthode EVENHIUS) d'un même échantillon et pour chaque élément déterminé la différence individuelle entre les deux méthodes a été testée par rapport à zéro à l'aide d'un test de t (student), la significativité de la regression entre les deux séries de valeur et l'équation de la droite d'allométrie a été calculée, d'abord pour tous les échantillons confondus et ensuite pour chaque type de plante pris individuellement (ECKSCHALGER - LACROIX).

De plus, un échantillon du C.I.I. ayant été introduit dans chaque série de minéralisation les résultats pourront être comparés avec ceux du comité inter instituts.

L'ensemble des résultats figurent en annexe. En plus des résultats statistiques bruts, les tableaux comportent une évaluation de l'écart moyen entre les deux méthodes ($\Delta\%$ moy = $\frac{\text{Val. moy. Evnh.} - \text{Val. moy. réf.}}{\text{moy. gén. des résultats}} \times 100$),

les limites extrêmes d'application des formules calculées et le calcul des valeurs théoriquement obtenues par la méthode de référence à partir des résultats de la méthode EVENHIUS en appliquant à ces derniers l'équation de la droite d'allométrie.

331 - Azote : (cf. annexe II-1)

Il n'existe aucune différence entre les résultats du C.I.I. et ceux que nous avons obtenus par la méthode EVENHIUS. Par contre, tous échantillons confondus, on note une différence moyenne de 4.3 % entre la méthode étudiée et les techniques d'attaque utilisées au laboratoire. Cette différence n'est le fait que de quelques échantillons pauvres en azote (mil paille, maïs rachis, graines de maïs) ou pour lesquels on a pu constater une minéralisation difficile par la méthode EVENHIUS (feuille de soja). Toutefois, même pour ce type d'échantillons, la liaison entre les résultats obtenus par les deux techniques est toujours très forte.

332 - Phosphore : (cf. annexe II-2)

On a pu remarquer que la pollution en P du "blanc de série" par les phosphates contenus dans l'eau oxygénée est variable selon l'origine du réactif utilisé. Elle n'est pas négligeable et correspond parfois à 0,02-0,03 % de P au niveau de calcul final. Il est donc important de procéder, dans une série d'attaque, à un même nombre d'ajouts d'eau oxygénée pour pouvoir faire les corrections nécessaires.

On remarque une différence significative de -3.6 % entre les résultats du C.I.I. et ceux de la méthode EVENHIUS. Globalement, les résultats obtenus au laboratoire sont identiques à ceux de la méthode EVENHIUS. Quelques types d'échantillon donnent quand même des résultats différents mais très liés à ceux obtenus au laboratoire sauf pour le cas de graines d'arachide (difficile à minéraliser aussi bien par voie sèche que par la méthode EVENHIUS) où la plage de variation trop étroite (0.08 %) des échantillons ne permet pas de calculer une droite de régression significative.

333 - Potassium (cf. annexe II-3)

Les résultats obtenus pour les témoins du C.I.I. sont identiques à ceux de référence. Tous échantillons confondus, il existe une différence moyenne de 4.6 % entre les deux techniques comparées, elle porte surtout sur les échantillons de graine de soja (15.7 %) et de feuille de maïs (13.0 %). La liaison est toujours très forte entre les résultats sauf pour les graines de soja.

334 - Calcium (cf. annexe II-4)

Dans ce cas, les seules différences observées le sont sur les échantillons de paille d'arachide et de graines de soja, l'analyse n'a pas été faite sur d'autres types de graines car la teneur en calcium est très faible et à la limite de la sensibilité de la méthode d'analyse, compte tenu des dilutions nécessaires.

335 - Magnesium (cf. annexe II-5)

Quelques types d'échantillons donnent de résultats différents par la méthode de minéralisation, il s'agit d'échantillon très pauvres (Rachis de maïs) pour lesquels la méthode de dosage est aux limites de la sensibilité, ou d'échan-

tillons dont les résultats, tout en étant différents sont très liés entre eux (soja graine, coton tige, riz paille).

336 - Synthèse

Le tableau fait apparaître l'ensemble des cas pour lesquels il existe une différence systématique entre la méthode de référence et la méthode EVENNIUS.

Tableau 3 : Différences systématiques moyennes et étendues du domaine d'application de ces différences par type d'échantillons.

Nature des échantillons	Nb. attaq. moy.	Méthode Kjeldahl N	Minéralisation C.I.I.			
			P	K	Ca	Mg
Tous éch. conf.	//////	4.3 0.230-7.04		4.6 0.090-3.2		
C.I.I.	//////		2.7 0.0255-0.36			
Arach. paille	8				7.4 0.5-1.5	
Arachide graine	11		7.8 0.35-0.42			
Mil paille	4	17.3 0.3-1.18	-9.9 .20-4.5	6.33 0.09-2.85		
Mil graine	5					
Maïs feuille	11			13.0 0.43-2.48		
Maïs rachis	4	16.1 0.23-0.43		10.2 0.35-0.78		23.1 0.03-0.05
Maïs graines	4	11.4 1.00-2.10				
Soja feuille	9	4.63 3.2 - 4.9				
Soja paille	10					
Soja graines	10			15.7 1.35-2.01	-12.8 0.28-0.59	7.9 0.19-0.35
Coton tiges	4			7.1 0.5 - 1.9		17.2 0.16-0.50
Coton graines	4					
Riz paille	11		-7.4 0.06-0.35	14.9 0.9 - 3.2		5.6 0.16-0.50
Riz graines	4		-6.3 .16 - .23			16.9 0.09-0.13
Divers	13		-8.2 0.24-.50			

L'azote faisant l'objet d'une minéralisation séparée, nous ne nous intéresserons à un essai d'explication globale des résultats que pour P, K, Ca, et Mg. Le tableau ne fait pas apparaître de tendance nette à la sous-estimation ou à la surestimation concernant l'un à l'autre des types d'échantillons traités pour tous les éléments analysés. On ne peut donc pas conclure qu'il y a de la part de l'une ou l'autre méthode de minéralisation globalement incomplète. Les

différences systématique sont le fait d'échantillons pauvres ou résistant à l'attaque par l'acide sulfurique - eau oxygénée.

On remarque que le phosphore a tendance à être sous-estimé, tandis que le potassium et le magnésium seraient plutôt surestimés. Les différences observées ne sont donc dues qu'aux dosages proprement dits au niveau de l'application faite au laboratoire de la méthode du C.I.I. car les résultats obtenus sur les témoins de cet organisme sont en accord avec les normes admises (sauf pour le phosphore, mais la différence systématique moyenne est faible).

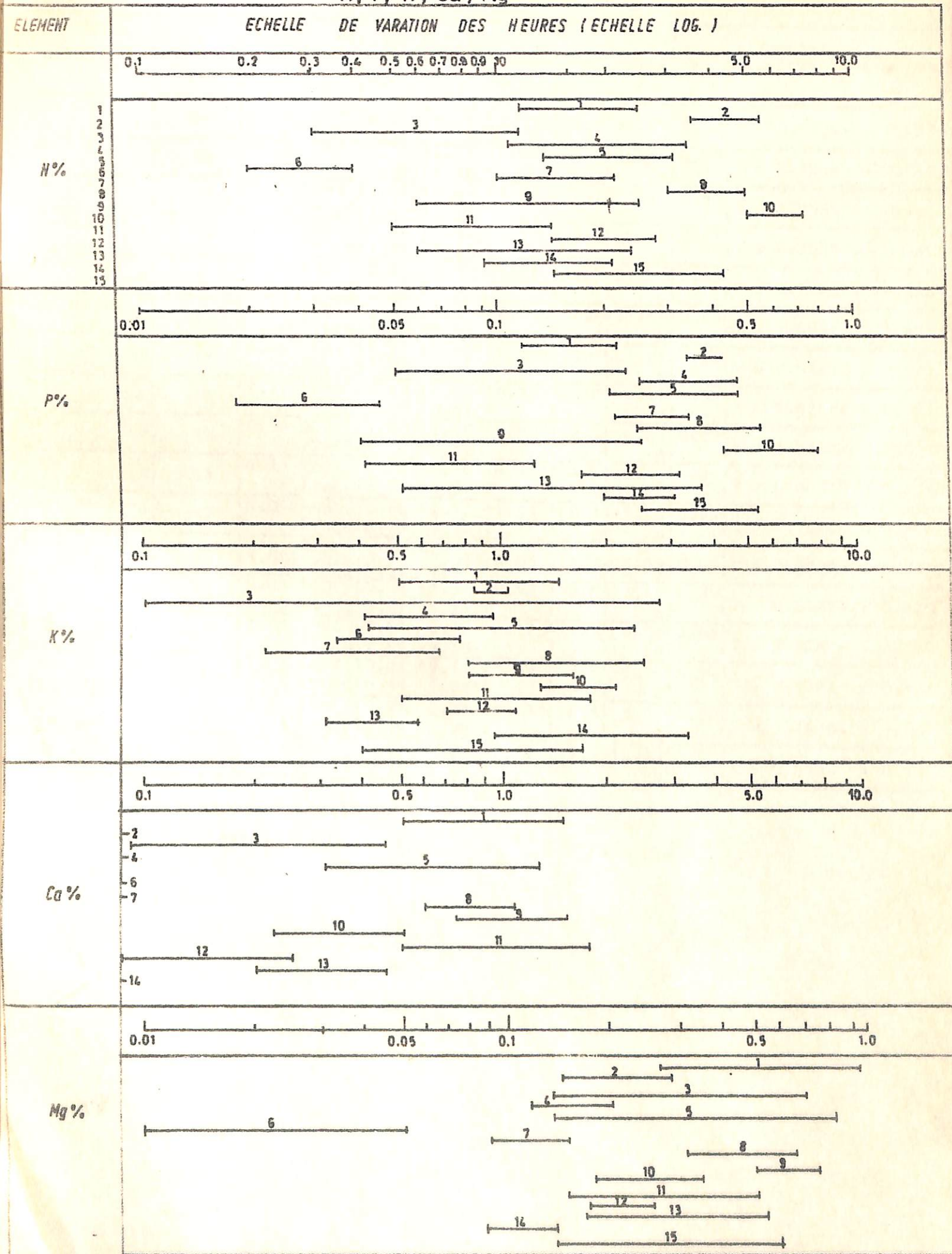
4 - CONCLUSIONS

La méthode de minéralisation par voie humide de EVENHIUS est applicable dans les conditions matérielles actuelles du laboratoire. Les résultats obtenus sont généralement identiques à ceux des techniques utilisées jusqu'à présent. Elle permettrait des économies substantielles (minéralisation unique), toutefois l'expérience acquise au cours des essais nous permet de conclure que :

- Il serait nécessaire d'acquérir un deuxième bloc d'attaque afin de ne pas interférer sur le dosage du carbone total des sols qui utilise ce même matériel.

- Il faut confier cette manipulation à un agent particulièrement consciencieux et averti car la validité de l'attaque repose sur le respect impératif de la technique, qui demande une présence constante auprès du bloc minéralisateur, et un "métier" certain pour pouvoir juger du nombre d'ajouts d'eau oxygénée à effectuer.

NATURE DES ECHANTILLONS ET ETENDUE DES VARIATIONS DES TENEURS EN
N, P, K, Ca, Mg



- 1 Arachide paille
- 2 Arachide graine
- 3 Mil paille
- 4 Mil graine
- 5 Maïs feuille
- 6 Maïs rachis
- 7 Maïs graine
- 8 Soja feuille
- 9 Soja paille
- 10 Soja graine
- 11 Coton tige
- 12 Coton graine
- 13 riz paille
- 14 Riz graine
- 15 Divers

ANNEXE II-1 : N total

Nature	Nbr. de couples	t sur Δ	Valeur C.I.I.			$\Delta\%$ moy	corré t	r	Allométrie $Y = (CII) ; x = (Evh)$
			Min.	Max.	Moy.				
Tous échts confondus	263	5.63 _a	OBT 0.23 THEO 0.161	7.04 7.75	2.186	4.3	92.05 _a	0.98	$Y = 0.9727x - 0.0336$
Témoins CII	11	0.66 _d	OBT 0.73 THEO 0.78	4.215 4.38	2.408	1.1	26.1 _a	0.99	$Y = 0.986x + 0.0577$
Arachide paille	14	2.13 _d	OBT 1.33 THEO 1.41	2.66 2.65	1.94	9.5	3.2 _b	0.69	$Y = 1.216x - 0.4479$
Arachide graine	2 14	1.86 _d	OBT 3.68 THEO 3.67	5.82 5.46	4.38	3.4	6.24 _a	0.87	$Y = 0.78077x + 0.8405$
Mil paille	3 19	6.29 _a	OBT 0.32 THEO 0.32	1.18 1.23	0.63	17.3	21.9 _a	0.98	$Y = 0.77489x + 0.0489$
Mil graine	4 20	1.86 _d	OBT 1.08 THEO 1.16	3.5 3.47	2.156	2.85	19.6 _a	0.98	$Y = 1.095x - 0.2733$
Maïs feuilles	5 19	0.46 _d	OBT 1.5 THEO 1.81	3.32 3.19	2.459	1.88	3.61 _b	0.66	$Y = 0.9937x - 0.031$
Maïs rachis	6 18	2.73 _c	OBT 0.23 THEO 0.20	0.43 0.49	0.314	16.07	2.49 _c	0.53	$Y = 0.6717x + 0.659$
Maïs graines	7 19	5.56 _a	OBT 1.00 THEO 1.17	2.10 2.12	1.49	12.4	6.6 _a	0.85	$Y = 1.3889x - 0.8541$
Soja feuille	8 14	4.35 _a	OBT 3.24 THEO 3.23	4.90 4.31	4.13	4.95	4.63 _a	0.80	$Y = 0.80035x + 0.6566$
Soja paille cosses	9 17	0.057 _d	OBT 0.60 THEO 0.55	2.52 1.92	1.55	0.33	5.23 _a	0.80	$Y = 1.1826x - 0.276$
Soja graine	10 17	1.885 _d	OBT 5.2 THEO 5.83	7.04 7.7	6.05	3.18	4.39 _a	0.75	$Y = 0.9628x + 0.0359$
Coton tiges	11 18	0.63 _d	OBT 0.51 THEO 0.57	1.57 1.26	0.968	2.71	7.47 _a	0.88	$Y = 0.8462x + 0.126$
Coton graines	12 18	1.63 _d	OBT 1.51 THEO 2.05	2.79 2.38	2.19	7.05	2.01 _d	0.45	$Y = 0.8494x + 0.190$
Riz pailles	13 20	1.71 _d	OBT 0.61 THEO 0.55	2.34 2.02	1.43	-3.9	16.9 _a	0.97	$Y = 1.172x - 0.182$
Riz graines	14 19	2.3 _d	OBT 0.93 THEO 0.99	2.01 1.95	1.537	5.6	5.97 _a	0.82	$Y = 1.2678x - 0.524$
Divers	15 17	1.41 _d	OBT 1.55 THEO 1.59	4.53 4.15	2.62	4.1	12.36 _a	0.95	$Y = 0.915x + 0.114$

- a très hautement significatif
- b hautement significatif
- c significatif
- d non significatif.

$$\text{moy } \% = \frac{R. Evnh - R. réf.}{\bar{M} (Evnh \text{ et } réf.)} \times 100$$

ANNEXE II-2 : PHOSPHORE

Nature	Nbr de couples	t sur Δ	Valeur (CII)			Δ % moy	corrés t	r	Allométrie Y = (CII) ; x = (Evnh)
			Min.	Max.	Moy.				
Tous échts confondus	257	1.97	OBT 0.018	0.781	0.255	-1.96	0.969	62.30	Y = 0.99018x + 0.007415
		d	THEO 0.027	0.811				a	
C.I.I.	11	2.726	OBT 0.025	0.36	0.173	-3.6	0.997	38.95	Y = 1.01169x + 0.0042
		c	THEO 0.030	0.358				a	
Arachide paille 1	14	1.073	OBT 0.116	0.225	0.1735	-4.03	0.843	5.43	Y = 1.0545x - 0.0024
		d	THEO 0.126	0.193				a	
Arachide graine 2	13	2.595	OBT 0.344	0.423	0.3779	7.82	0.501	1.92	Y = 0.541x + 0.1566
		c	THEO					d	
Mil paille 3	18	0.578	OBT 0.053	0.234	0.0942	-1.77	0.976	18.04	Y = 0.9779x + 0.0037
		d	THEO 0.043	0.233				a	
Mil graine 4	14	1.94	OBT 0.270	0.46	0.351	-3.37	0.917	7.96	Y = 1.0042x + 0.0102
		d	THEO 0.30	0.45				a	
Maïs feuille 5	19	5.060	OBT 0.198	0.448	0.3817	-5.88	0.959	14.11	Y = 1.1181x - 0.021
		a	THEO 0.202	0.426				a	
Maïs rachis 6	18	0.038	OBT 0.018	0.045	0.0286	0.19	0.7895	5.15	Y = 1.1187x - 0.00347
		d	THEO 0.017	0.038				a	
Maïs graine 7	19	1.239	OBT 0.217	0.349	0.2859	3.32	0.727	4.37	Y = 0.7105x + 0.0894
		d	THEO 0.249	0.313				a	
Soja feuille 8	16	2.109	OBT 0.255	0.534	0.4025	-4.31	0.958	12.43	Y = 1.242x - 0.0764
		d	THEO 0.254	0.563				a	
Soja paille cosses 9	16	0.678	OBT 0.040	0.262	0.1527	-2.49	0.958	12.61	Y = 1.076x - 0.00760
		d	THEO 0.035	0.267				a	
Soja graine 10	16	1.96	OBT 0.433	0.781	0.613	3.7	0.884	7.09	Y = 0.887x + 0.049
		d	THEO 0.493	0.769				a	
Coton tiges 11	18	0.457	OBT 0.043	0.126	0.126	-2.88	0.903	8.45	Y = 1.0893x - 0.00731
		d	THEO					a	
Coton graine 12	17	1.441	OBT 0.182	0.327	0.244	6.77	0.427	1.85	Y = 1.009x - 0.0195
		d	THEO					d	
Riz paille 13	21	3.4124	OBT 0.057	0.34	0.2107	-7.43	0.990	31.07	Y = 1.1146x - 0.00727
		b	THEO 0.085	0.351				a	
Riz graine 14	19	3.749	OBT 0.19	0.29	0.245	-6.32	0.746	4.62	Y = 0.9304x - 0.0311
		b	THEO 0.16	0.23				a	
Divers 15	10	3.145	OBT 0.244	0.527	0.353	-8.2	0.969	11.18	Y = 1.258x - 0.056
		c	THEO 0.215	0.498				a	

- a très hautement significatif
- b hautement significatif
- c significatif
- d non significatif

$$\text{moy } \% = \frac{R. \text{ Evnh} - R. \text{ réf.}}{\bar{M} (\text{Evnh et réf.})} \times 100$$

ANNEXE II-3 : POTASSIUM

Nature	Nbre de couples	t sur Δ	Valeur (CII)			$\Delta\%$ moy	corré t	r	Allométrie $Y = (CII) ; x = (Evn)$
			Min.	Max.	Moy.				
Tous échts confondus	257	2.92 c	OBT 0.090 THEO 0.096	3.2 2.98	1.0876	4.57	0.924	38.53 a	$Y = 0.9197x + 0.4051$
C.I.I.	11	0.274 d	OBT 0.38 THEO 0.424	2.18 2.36	1.049	0.91	0.985	16.87 a	$Y = 0.995x + 0.0556$
Arachide paille 1	12	1.367 d	OBT 0.495 THEO	1.48	0.877	2.37	0.991	23.94 a	$Y = 0.897x + 0.070$
Arachide graine 2	14	0.759 d	OBT 0.34 THEO 0.86	1.06 0.97	0.912	2.25	0.616	2.71 c	$Y = 0.601x + 0.351$
Mil paille 3	11	2.33 c	OBT 0.090 THEO 0.049	2.85 2.85	0.7373	6.33	0.998	44.89 a	$Y = 0.9491x - 0.0084$
Mil graine 4	15	1.35 d	OBT 0.41 THEO 0.38	0.940 0.957	0.498	-2.25	0.98	16.67 a	$Y = 0.9505x + 0.0351$
Maïs feuille 5	20	5.868 a	OBT 0.43 THEO 0.225	2.48 2.38	1.833	12.96	0.9	12.85 a	$Y = 0.9707x - 0.1928$
Maïs rachis 6	17	2.157 c	OBT 0.35 THEO 0.448	0.78 0.784	0.559	10.19	0.714	3.95 b	$Y = 1.019x - 0.0722$
Maïs graine 7	19	0.319 d	OBT 0.23 THEO 0.39	0.66 0.69	0.373	1.14	0.80	5.632 a	$Y = 1.155x - 0.063$
Soja feuille 8	17	1.249 d	OBT 0.81 THEO 0.80	2.56 2.38	1.7788	5.47	0.813	5.405 a	$Y = 1.003x - 0.1058$
Soja paille cosses 9	18	0.45 d	OBT 0.84 THEO 1.00	1.52 1.55	1.199	1.7	0.698	3.90 b	$Y = 0.65x + 0.406$
Soja 10	19	5.59 a	OBT 1.34 THEO	2.01	1.691	15.7	0.159	0.67 d	$Y = 2.234x - 2.73$
Coton tige 11	19	3.101 b	OBT 0.51 THEO 0.48	1.85 1.76	0.9547	7.07	0.967	15.69 a	$Y = 0.9037x + 0.0286$
Coton graine 12	19	1.25 d	OBT 0.69 THEO	1.06	0.9863	-4.42	0.403	1.87 d	$Y = 1.0585x - 0.0126$
Riz paille 13	19	0.58 d	OBT 0.29 THEO	0.56	0.388	-1.5	0.951	12.7 a	$Y = 0.7147x + 0.1148$
Riz graine 14	18	3.657 b	OBT 0.91 THEO 0.98	3.2 2.72	2.017	14.9	0.786	5.081 a	$Y = 0.8216x + 0.0928$
Divers 15	11	0.02 d	OBT 0.39 THEO 0.447	1.610 1.50	0.8382	0.11	0.994	28.3 a	$Y = 0.8343x + 0.1381$

a très hautement significatif

b hautement significatif

c significatif

d non significatif

$$\text{moy } \% = \frac{R. Evnh - R. réf.}{\bar{M} (Evn \text{ et réf.})} \times 100$$

ANNEXE II-4 : CALCIUM

Nature	Nbre de couples	t sur Δ	Valeur (CII)			Δ % moy	corré t	r	Allométrie Y = (CII) ; x = (Evnh)	
			Min.	Max.	Moy.					
Tous échts confondus	164	0.502	OBT	0.05	1.76	0.646	-1.3	0.93	32.2	Y = 1.1306x - 0.0743
			d THEO	0.174	1.90				a	
Témoins CII	9	2.59	OBT	0.8	3.08	1.157	-6.91	0.991	19.40	Y = 1.095x - 0.039
			c THEO	0.79	3.08				a	
Arachide paille	13	2.46	OBT	0.495	1.48	0.973	7.41	0.927	8.227	Y = 0.9906x - 0.0644
			c THEO						a	
Arachide graine	2	////	OBT	traces	traces	traces	////	////	////	////
			THEO				////	////	////	////
Mil paille	16	0.247	OBT	0.088	0.455	0.207	////	0.93	9.654	Y = 1.000x - 0.0024
			d THEO	0.048	0.483		////		a	
Mil graine	4	////	OBT	traces	- traces		////	////	////	////
			THEO	traces			////	////	////	////
Maïs feuille	19	0.312	OBT	0.312	1.17	0.4935	2.45	0.937	10.689	Y = 0.896x + 0.040
			d THEO	0.273	1.04				a	
Maïs rachis	6	////	OBT	traces	- traces		////	////	////	////
			THEO				////	////	////	////
Maïs graine	7	////	OBT	traces	- traces		////	////	////	////
			THEO				////	////	////	////
Soja feuille	14	1.11	OBT	0.585	1.02	0.866	2.36	0.88	6.28	Y = 1.2596x - 0.2507
			d THEO	0.584	1.05				a	
Soja paille	18	1.738	OBT	0.75	1.54	1.098	6.1	0.81	5.52	Y = 0.874x + 0.077
cosces	9		d THEO						a	
Soja grains	19	4.06	OBT	0.23	0.55	0.355	-12.8	0.82	5.88	Y = 0.9665x + 0.0531
			a THEO	0.28	0.59				a	
Coton tiges	17	0.681	OBT	0.5	1.76	0.799	-2.39	0.953	10.99	Y = 1.057x - 0.0256
			d THEO	0.461	1.86				a	
Coton graine	18	0.622	OBT	0.05	0.243	0.3703	2.66	0.975	17.6	Y = 1.1173x - 0.0546
			THEO	0.190	0.02				a	
Riz paille	20	0.546	OBT	0.185	0.464	0.259	-3.26	0.876	7.7	Y = 1.2612x - 0.051
			d THEO	0.213	0.57				a	
Riz graine	14	////	OBT	traces			////	////	////	////
			THEO				////	////	////	////
Divers	15	////	////	////	////	////	////	////	////	////

- a très hautement significatif
b hautement significatif
c significatif
d non significatif

$$\text{moy \%} = \frac{R. \text{ Evnh} - R. \text{ réf.}}{\bar{M} (\text{Evnh et réf.})} \times 100$$

ANNEXE II-5 : MAGNESIUM

Nature	Nbre de couples	t sur Δ	Valeurs (CII)			$\Delta\%$ moy	corré t	r	Allométrie Y = (CII) ; x = (Evnh)	
			Min.	Max.	Moy.					
Tous lots confondus	249	0.87 d	OBT THEO	0.010	0.925	0.273	1.99	29.19	0.87	Y = 1.059x - 0.022
Témoins CII	11	1.57 d	OBT THEO	0.26	0.472	0.308	-1.9	31.19	0.995	Y = 1.095x - 0.0229
Arachide paille	12	2.686 d	OBT THEO	0.28	0.925	0.583	12.72	5.84	0.88	Y = 0.824x + 0.0374
Arachide graine	214	0.175 d	OBT THEO	0.157	0.265	0.200	-1.0	0.608	0.173	Y = 1.598x - 0.1167
Mil paille	316	0.122 d	OBT THEO	0.142	0.700	0.298	-0.6	7.95	0.91	Y = 1.107x - 0.302
Mil graine	418	0.136 d	OBT THEO	0.112	0.200	0.140	0.36	4.67	0.76	Y = 1.012x - 0.0022
Maïs feuille	518	0.85 d	OBT THEO	0.143	0.82	0.352	-6.4	3.7	0.68	Y = 1.5950x - 0.1736
Maïs rachis	617	3.13 b	OBT THEO	0.01	0.050	0.033	23.1	1.7	0.398	Y = 1.0078x - 0.0089
Maïs graine	718	1.27	OBT THEO	0.09	0.138	0.105	3.8	2.94	0.59	Y = 0.795x + 0.0182
Soja feuille	815	0.13 d	OBT THEO	0.32	0.672	0.496	-0.5	3.91	0.74	Y = 1.2860x - 0.139
Soja paille	915	0.03 d	OBT THEO	0.486	0.725	0.611	0.09	5.075	0.815	Y = 0.7026x + 0.1814
Soja graine	1019	3.78 b	OBT THEO	0.185	0.352	0.259	7.9	6.59	0.848	Y = 0.95046x - 0.0074
Coton tige	1118	3.24 b	OBT THEO	0.155	0.50	0.312	6.4	17.23	0.97	Y = 0.98974x - 0.0172
Coton graine	1219	1.73 d	OBT THEO	0.172	0.260	0.215	34.3	1.43	0.328	Y = 0.84628x + 0.025
Riz paille	1319	12.33 c	OBT THEO	0.163	0.54	0.272	615.57	16.495	0.97	Y = 1.0747x - 0.03717
Riz paille	1419	5.00 a	OBT THEO	0.085	0.13	0.106	316.9	0.253	0.061	Y = 1.129x - 0.035
Divers	1512	0.406 d	OBT THEO	0.138	0.620	0.211	1.22	33.5	0.996	Y = 0.8755x + 0.02399

- a très hautement significatif
- b hautement significatif
- c significatif
- d non significatif

$$\text{moy } \% = \frac{R. \text{ Evnh} - R. \text{ réf.}}{M (\text{Evnh et réf.})} \times 100$$

----- BIBLIOGRAPHIE -----

- FASSBENDER : Simultané P - Bestimmung in N-Kjeldahl aufschulss van.
Boemproben - phosphorsaure - 1973 - Vol 30 ; n° 1 ; pp 44-53.
- KENNETH NICHOLLS : A single digestion procedure for rapid manual determinations of Kjeldahl nitrogen and total phosphorus in natural waters - Analytica Chimica Acta (1975) 208-212.
- BATEY - CRESSES - WRILLET : Sulphuric - perchloric acid digestion of plant material for nitrogen determination. - Analytica chimica Acta 69 (1974) 484-487.
- OLIVER : Minéralisation par voie humide en vue du dosage des éléments majeurs (N, P, K, Ca, Mg) dans les plantes. - Analisis, 1979, V. 7 n° 1, p. 38-41.
- EVENHIUS - Simplified Methods for foliar Analysis - Kaninklyk Institut voor der Tropen (1978).
- PINTA - de WAELE : Etalons végétaux pour l'analyse foliaire (IIIe colloque Européen et Méditerranéen sur le contrôle de l'Alimentation de Plantes cultivées - Budapest Sept. 72.
- ECKSCHALGER : Errors Measurement and results in chemical analysis p. 113
Edt. Van Nostrad Meinhold company (Lander) (1967).
- LACROIX : Analyse chimique - interprétation des résultats par le calcul statistique (Edt. : Masson et Cie - 1973).