

# Détermination de K, Mg et Ca dans l'extrait à l'acétate d'ammonium

Version 3.1 (2020)

Code	AAE10-K-Mg-Ca		Secteurs d'utilisation possibles
Secteur d'utilisation	Conseil de fumure	Grandes cultures et herbage	x
		Légumes (en pleine terre et sous serre)	x
		Viticulture, Arboriculture, Culture de baies, Plantes aromatiques et médicinales	x
	Caractérisation du site		
	Appréciation des polluants		x
	Engrais de recyclage	Compost	
		Digestat solide	
		Digestat liquide	
		Boue d'épuration	
	Engrais de ferme	Fumier	
		lisier	
Engrais minéraux			
Charbon végétal			
Recherche			
Bases légales / Mise en application de prescriptions légales	Mesure des éléments nutritifs pour les prestations écologiques requises (PER) selon l'ordonnance sur les paiements directs (OPD, Annexe 1, chiffre 2) et pour le conseil de fumure selon le principe de la fertilisation des cultures agricoles en Suisse (PRIF).		
Critères de reconnaissance pour les laboratoires	Les limites de l'essai interlaboratoire PEP (WEPAL) doivent être respectées. Une liste des laboratoires reconnus pour les prestations écologiques requises et conseillés pour les analyses de sol pour le conseil de fumure est publiée annuellement sur les sites internet d'Agroscope et de l'OFAG.		
Méthodes correspondantes	Prélèvement de l'échantillon	AF-PN, OW-PN	
	Préparation de l'échantillon	AF-OW-PN	
	extraction	AAE10-Ex	
	mesure	AAE10-P, AAE10-K-Mg-Ca	

Domaine de concentration	PRIF : domaine supérieure AAE10-K : 420 mg K /mg terre fine sèche pour toutes les cultures AAE10-Mg : 450 mg Mg / kg terre fine sèche pour toutes les cultures
Résultat	mg K/kg de terre sèche; sans décimale mg Mg/kg de terre sèche; sans décimale mg Ca/kg de terre sèche; sans décimale
Méthodes équivalentes	La mesure de K, Mg et Ca dans les extraits peut être faite par plusieurs techniques, tels que F-AAS ou ICP-OES par exemple
Sécurité / environnement	Les extraits et standards sont des déchets spéciaux.



# Détermination de K dans l'extrait de AAE10 par F-AAS

## 1. Principe

Dans l'extrait de terre par une solution d'acétate d'ammonium + EDTA (Méthode AAE10-Ex), le potassium est dosé par spectrométrie d'absorption atomique (SAA) à la longueur d'onde de 766.5 nm.

## 2. Exécution

### Appareils et ustensiles:

- (A) Spectrophotomètre d'absorption atomique (SAA) avec lampe spécifique. Mélange air/acétylène, flamme maigre, oxydante, bleue.
- (B) Diverse verrerie de laboratoire.

### Réactifs:

- (1) Eau déminéralisée ( $H_2O$ , conductivité  $< 5 \mu S/cm$ ).
- (2) Acide chlorhydrique fumant p.a., (HCl 37 % p.a.,  $M = 36.46 \text{ g/mol}$ ,  $d = 1.19$ ).
- (3) Chlorure de lanthane (III), heptahydrate p.a. ( $LaCl_3 \cdot 7H_2O$ ,  $M = 371.37 \text{ g/mol}$ ).
- (4) Solution standard: 1000 mg K/L, prête à l'emploi
- (5) Solution de chlorure de lanthane à 0.5% de La:  
Peser 66.5 g de chlorure de lanthane (3), transférer dans un bécher de 5000 ml. Ajouter 30 ml de HCl (2) et mettre au trait avec  $H_2O$  (1).
  - Remarque: La solution est en milieu acidifiée, 0.07M HCl.
- (6) Solution d'extraction (cf. méthode AAE10-Ex)
- (7) Solutions de calibration:
  - (7a) 50 ml de réactif (6), amener à 500 ml avec la solution de chlorure de lanthane (5)  
= 0.0 mg K/L
  - (7b) 0.2 ml solution standard (4) + 50 ml réactif (6), amener à 500 ml avec le réactif (5)  
= 0.4 mg K/L
  - (7c) 0.4 ml solution standard (4) + 50 ml réactif (6), amener à 500 ml avec le réactif (5)  
= 0.8 mg K/L
  - (7d) 0.8 ml solution standard (4) + 50 ml réactif (6), amener à 500 ml avec le réactif (5)  
= 1.6 mg K/L
  - (7e) 1.5 ml solution standard (4) + 50 ml réactif (6), amener à 500 ml avec le réactif (5)  
= 3.0 mg K/L
  - (7f) 2.5 ml solution standard (4) + 50 ml réactif (6), amener à 500 ml avec le réactif (5)  
= 5.0 mg K/L
  - Remarque : Le choix de la gamme de calibration doit parfois tenir compte des caractéristiques spécifiques de l'appareil utilisé.

### Mode opératoire:

Les extraits (Méthode AAE10-Ex) sont dilués 10x avec la solution de chlorure de lanthane (5) dans des tubes à essai, mélangés et analysés sur le SAA (A) à la longueur d'onde de 766.5 nm. Si une dilution supplémentaire est nécessaire, utiliser la solution de chlorure de lanthane (5).

### 3. Calcul

Extraction: 10 g de terre dans 100 ml d'agent d'extraction  
 Expression du résultat : teneur en mg K/kg de terre sèche.

a = valeur lue sur le SAA en mg K/L

mg K/kg de terre sèche = a [mg K/L] . facteur de dilution . volume d'extraction [L] / pesée [kg]  
 $= a \cdot 10 \cdot 0.1 / 0.01 = a \cdot 100$

Remarque: Si une dilution supplémentaire est nécessaire, en tenir compte pour le calcul.

### 4. Résultat

mg K/kg de terre sèche; sans décimale.

### 5. Remarques

- On recommande le choix de la longueur d'onde la plus sensible (766.5 nm) pour cette analyse.
- Le dosage de K est assez sensible aux caractéristiques techniques de l'appareil utilisé (brûleur, nébuliseur, etc..). Les quelques remarques suivantes peuvent s'avérer utiles dans certaines conditions:
  - Le *mode par émission* est déconseillé. Par rapport au *mode par absorption*, il produit un plus grand nombre de résultats aberrants, probablement en raison d'effets de matrice plus importants
  - Le recours à un tampon d'ionisation à base de NaCl, qui augmenterait la sensibilité, n'a pas démontré son utilité dans nos essais.
  - Une solution de CsCl à 0.1 % est fréquemment recommandée par les constructeurs d'appareils, mais n'a pas encore été testée dans nos essais.
  - Des difficultés de mesure liées à la viscosité des solutions peuvent être réduites par un rinçage régulier du système de pompage à l'aide d'une solution abaissant la tension superficielle (Solution de Brij à 0.3 % par exemple).
  - Pour autant que les appareils le permettent, l'insertion d'un filtre rouge permet d'obtenir des courbes de calibrage plus linéaires et plus robustes, et moins de résultats aberrantes.
- Pour un contrôle efficace, il faut intercaler 2-3 sols de référence et un blanc dans chaque série.

### 6. Validation

#### Théorie

Après la dilution 1 :10 dans la solution acide de lanthane ((5), 0.07 M HCl), le pouvoir tampon de l'acétate est épuisé (pH 1.9) dans les extraits de sols non calcaires ; dans les sols calcaires, on se trouve encore dans le domaine d'action du tampon acide acétique/acétate (pH 3.9 dans un sol à 25 % de calcaire). Ces différences pourraient expliquer les irrégularités observées (par exemple le nombre de résultats aberrants). Nous ne disposons pas pour le moment d'une procédure qui améliorerait la robustesse.

#### (6a) Domaine de travail et fonction de calibration

Le domaine de calibrage correspond à des teneurs de 40-500 mg K/kg de terre. Une extension de l'étalonnage vers des concentrations plus faibles ne donne pas de bons résultats : la valeur 0.2 mg K/L est trop proche du zéro et exerce une influence trop forte sur la courbure de la fonction de calibration.

La plupart des échantillons analysés peuvent être analysés sans dilution supplémentaire. Les blancs des séries de mesure (n=31) ont une valeur moyenne de  $0 \pm 3$  mg K/kg terre. La déviation standard moyenne des blancs de chaque série est 2 mg K/kg terre.

### (6b) Reproductibilité

Sur une population de 94 échantillons de terre à pH entre 5.5 et 8.6, contenant 0-26 % de calcaire, 1-20 % d'humus, 8-68 % d'argile, 5-65 % de silt et 2-74 % de sable, analysées à 5-16 reprises la reproductibilité est la suivante :

Domaine de teneur	Médiane de		Nombre
	déviati on standard	coeff. de variation	
14 - 200 mg K/kg	3 mg K/kg		75
40 - 830 mg K/kg		3 %.	83

*(La valeur 40 mg K/kg terre correspond à la solution de calibrage la moins concentrée 7b)*

### (6c) Justesse

Les résultats obtenus dans le réseau de tests interlaboratoires valident la justesse de la méthode. Le dosage du K par absorption atomique est une méthode standard pour la détermination de la teneur totale en K dans une solution.

### (6d) Robustesse : stabilité des extraits

La stabilité des extraits est d'au moins 24 heures avant le dosage de K.

# Détermination de Mg dans l'extrait de AAE10 par F-AAS

## 7. Principe

Dans l'extrait de terre par une solution d'acétate d'ammonium + EDTA (Méthode AAE10-Ex), le magnésium est dosé par spectrométrie d'absorption atomique (SAA) à la longueur d'onde de 285.2 nm.

## 8. Exécution

### Appareils et ustensiles:

- (A) Spectrophotomètre d'absorption atomique (SAA) avec lampe spécifique.  
Mélange air/acétylène, flamme maigre, oxydante, bleue.
- (B) Diverse verrerie de laboratoire.

### Réactifs:

- (1) Eau déminéralisée (H<sub>2</sub>O, conductivité < 5 µS/cm)
- (2) Acide chlorhydrique fumant p.a., (HCl 37 % p.a., M = 36.46 g/mol, d = 1.19)
- (3) Chlorure de lanthane (III), heptahydrate p.a. (LaCl<sub>3</sub>·7H<sub>2</sub>O, M = 371.37 g/mol).
- (4) Solutions standard:
- (4a) Solution standard A (1000 mg Mg/L), prête à l'emploi
- (4b) Solution standard B (100 mg Mg/L): diluer le réactif (4a) dans l'eau (1) selon un rapport 1 : 10
- (5) Solution de chlorure de lanthane à 0.5% La:  
Peser 66.5 g de chlorure de lanthane (3), transférer dans un bécher de 5000 ml. Ajouter 30 ml de HCl (2) et mettre au trait avec H<sub>2</sub>O (1).
- Remarque: La solution est en milieu acidifiée, 0.07M HCl.
- (6) Solutions de calibration:
- |   |             |
|---|-------------|
| (6a) Solution de chlorure de lanthane (5) =                               | 0.0 mg Mg/L |
| (6b) 0.5 ml solution standard (4b), amener à 500 ml avec le réactif (5) = | 0.1 mg Mg/L |
| (6c) 1.0 ml solution standard (4b), amener à 500 ml avec le réactif (5) = | 0.2 mg Mg/L |
| (6d) 2.5 ml solution standard (4b), amener à 500 ml avec le réactif (5) = | 0.5 mg Mg/L |
| (6e) 5.0 ml solution standard (4b), amener à 500 ml avec le réactif (5) = | 1.0 mg Mg/L |
| (6f) 7.5 ml solution standard (4b), amener à 500 ml avec le réactif (5) = | 1.5 mg Mg/L |
- Remarques:
    - La dilution élevée des extraits (100x, voir Mode opératoire) permet de renoncer à l'ajout de solution d'extraction dans les solutions de calibration.
    - Le choix de la gamme de calibration doit parfois tenir compte des caractéristiques spécifiques de l'appareil utilisé.
    - Comme la même dilution 1 : 100 est utilisée pour le dosage du Ca, il est possible de préparer des solutions de calibration combinées pour Mg et Ca (cf. AAE10-Ca).

### Mode opératoire:

Les extraits (Méthode AAE10-Ex) sont dilués 100x avec la solution de chlorure de lanthane (5) dans des tubes à essai, mélangés et analysés sur le SAA (A) à la longueur d'onde de 285.2 nm. Si une dilution supplémentaire est nécessaire, utiliser la solution de chlorure de lanthane (5).

- **Remarques:**

- L'ajout de lanthane prévient la formation de phosphates de Ca et Mg et sert aussi de tampon d'ionisation.
- On peut aussi doser Ca dans les solutions diluées 100x.

## 9. Calcul

Extraction: 10 g de terre dans 100 ml d'agent d'extraction

Expression du résultat : teneur en mg Mg/kg de terre sèche.

a = valeur lue sur le SAA en mg Mg/L

$$\begin{aligned} \text{mg Mg/kg de terre sèche} &= a \text{ [mg Mg/L]} \cdot \text{facteur de dilution} \cdot \text{volume d'extraction [L]} / \text{pesée [kg]} \\ &= a \cdot 100 \cdot 0.1 / 0.01 = a \cdot 1000 \end{aligned}$$

- *Remarque: Si une dilution supplémentaire est nécessaire, en tenir compte pour le calcul.*

## 10. Résultat

mg Mg/kg de terre sèche; sans décimale.

## 11. Remarques

Pour un contrôle efficace, il faut intercaler 2-3 sols de référence et un blanc dans chaque série.

## 12. Validation

### (12a) Domaine de travail et fonction de calibration

Le domaine de calibration (dilution 1 :100) correspond à des teneurs de 100 à 1500 mg Mg/kg de terre.

La plupart des échantillons peuvent être analysés sans dilution supplémentaire, grâce à l'étendue du domaine de calibration.

Les blancs des séries de mesure (n=31) ont une valeur moyenne de 2 +/- 5 mg Mg/kg de terre. La déviation standard moyenne des blancs de chaque série est 2 mg Mg/kg de terre.

### (12b) Reproductibilité

Sur une population de 94 échantillons de terre à pH entre 5.5 et 8.6, et contenant 0-26% de calcaire, 1-20 % d'humus, 8-68 % d'argile, 5-65 % de silt et 2-74 % de sable, analysées à 5-16 reprises la reproductibilité est la suivante:

Domaine de teneur	Médiane de		Nombre
	déviat. standard	coeff. de variation	
34 - 200 mg Mg / kg	3 mg Mg / kg		49
100 - 1150 mg Mg / kg		4 %.	61

(La valeur 100 mg Mg/kg terre correspond à la solution de calibration la moins concentrée 6b)

### (12c) Justesse

Les résultats obtenus dans le réseau de tests interlaboratoires valident la justesse de la méthode. Le dosage de Mg par absorption atomique est une méthode standard pour la détermination de la teneur totale en Mg dans une solution.

**(12d) Robustesse. stabilité des extraits**

La stabilité des extraits est d'au moins 24 heures avant le dosage de Mg.

# Détermination de Ca dans l'extrait de AAE10 par F-AAS

## 13. Principe

Dans l'extrait de terre par une solution d'acétate d'ammonium + EDTA (Méthode AAE10-Ex), le calcium est dosé par spectrométrie d'absorption atomique (SAA) à la longueur d'onde de 422.7 nm.

## 14. Exécution

### Appareils et ustensiles:

- (A) Spectrophotomètre d'absorption atomique (SAA) avec lampe spécifique.  
Mélange air/acétylène, flamme maigre, oxydante, bleue.
- (B) Diverse verrerie de laboratoire.

### Réactifs:

- (1) Eau déminéralisée ( $H_2O$ , conductivité  $< 5 \mu S/cm$ ).
- (2) Acide chlorhydrique fumant p.a., ( $HCl$  37 % p.a.,  $M = 36.46 \text{ g/mol}$ ,  $d = 1.19$ ).
- (3) Chlorure de lanthane (III),heptahydrate p.a. ( $LaCl_3 \cdot 7H_2O$ ,  $M = 371.37 \text{ g/mol}$ ).
- (4) Solution standard 1000 mg Ca/L, prête à l'emploi
- (5) Solution de chlorure de lanthane à 0.5% La:  
Peser 66.5 g de chlorure de lanthane (3), transférer dans un bécher de 5000 ml. Ajouter 30 ml de  $HCl$  (2) et mettre au trait avec  $H_2O$  (1).

• *Remarque:* La solution est en milieu acidifiée, 0.07M  $HCl$ .

### (6) Solutions de calibrage:

(6a)	Solution de chlorure de lanthane (5) =	0.0 mg Ca/L
(6b)	1.0 ml solution standard (4), amener à 500 ml avec le réactif (5) =	2.0 mg Ca/L
(6c)	2.5 ml solution standard (4), amener à 500 ml avec le réactif (5) =	5.0 mg Ca/L
(6d)	5.0 ml solution standard (4), amener à 500 ml avec le réactif (5) =	10.0 mg Ca/L
(6e)	10.0 ml solution standard (4), amener à 500 ml avec le réactif (5) =	20.0 mg Ca/L
(6f)	20.0 ml solution standard (4), amener à 500 ml avec le réactif (5) =	40.0 mg Ca/L
(6g)	30.0 ml solution standard (4), amener à 500 ml avec le réactif (5) =	60.0 mg Ca/L

### • Remarques:

- La dilution élevée des extraits (100x, voir Mode opératoire) permet de renoncer à l'ajout de solution d'extraction dans les solutions de calibrage.
- Si la fonction de calibrage est incurvée, en raison des caractéristiques techniques de l'appareil utilisé, renoncer à la solution de calibrage (6g), éventuellement aussi à la solution (6f).
- Comme la même dilution 1 :100 est utilisée pour le dosage du Mg, il est possible de préparer des solutions de calibrage combinées pour Ca et Mg (cf. AAE10-Mg).

### Mode opératoire:

Les extraits (Méthode AAE10-Ex) sont dilués 100x avec la solution de chlorure de lanthane (5) dans des tubes à essai, mélangés et analysés sur le SAA (A) à la longueur d'onde de 422.7 nm. Si une dilution supplémentaire est nécessaire, utiliser la solution de chlorure de lanthane (5).

### • Remarques:

- L'ajout de lanthane prévient la formation de phosphates de Ca et Mg et sert aussi de tampon d'ionisation.
- On peut aussi doser Mg dans les solutions diluées 100x.

- Un positionnement légèrement décentré du brûleur permet parfois de réduire la courbure de la fonction de calibrage

## 15. Calcul

Extraction: 10 g de terre dans 100 ml d'agent d'extraction

Expression du résultat: teneur en mg Ca/kg de terre sèche.

a = valeur lue sur le SAA, en mg Ca /L

mg Ca /kg de terre sèche = a [mg Ca/L] . facteur de dilution . volume d'extraction [L] / pesée [kg]  
 = a . 100 . 0.1 / 0.01 = a . 1000

- Remarque: Si une dilution supplémentaire est nécessaire, en tenir compte pour le calcul.

## 16. Résultat

mg Ca/kg de terre sèche; sans décimale.

## 17. Remarques

- Cet agent d'extraction met en solution le calcium échangeable ainsi que du calcaire.
- L'extraction de terres riches en calcaire génère de fortes pressions dans les flacons: on peut supposer qu'ils sont particulièrement riches en calcium et opérer avec de fortes dilutions (cf. chap. validation, théorie).
- Pour un contrôle efficace, il faut intercaler 2-3 sols de référence et un blanc dans chaque série.

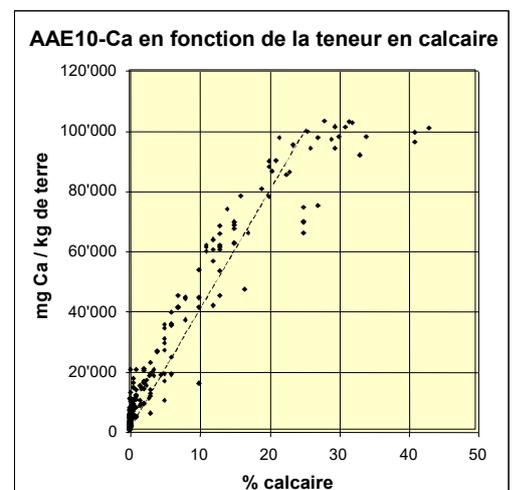
## 18. Validation:

### Théorie

En terre calcaire, l'acide acétique produit la réaction suivante:



La quantité d'acide présent dans la réaction peut dissoudre le calcaire jusqu'à un taux de 25%, correspondant à 100'000 mg Ca/kg de terre. Nos mesures confirment ce fait: sur le graphique ci-contre, la ligne pointillée indique la relation théorique entre teneur en calcaire et quantité de Ca dissous. Les points situés au-dessus de la ligne indiquent une présence supplémentaire de calcium échangeable, les points situés au-dessous une présence de calcaire insoluble dans les conditions de la réaction.



### (18a) Domaine de travail et fonction de calibration

Le domaine de calibrage (dilution 1:100) correspond à des teneurs de 2'000 à 60'000 mg Ca/kg de terre.

La plupart des échantillons peuvent être analysés sans dilution supplémentaire, grâce à l'étendue du domaine de calibrage mais, comme la fonction de calibrage est incurvée, il convient d'éviter les extrapolations.

Les blancs des séries de mesure (n=31) ont une valeur moyenne de 36 ± 60mg Ca/kg terre. La déviation standard moyenne des blancs de chaque série est 31mg Ca/kg terre.

**(18b) Reproductibilité**

Sur une population de 94 échantillons de terre à pH entre 5.5 et 8.6, et contenant 0-26% de calcaire, 1-20 % d'humus, 8-68 % d'argile, 5-65 % de silt et 2-74 % de sable, analysées à 5-16 reprises la reproductibilité est la suivante:

Domaine de teneur	Médiane de		Nombre
	déviatiion standard	coeff. de variation	
500 - 4'000 mg Ca / kg	77 mg Ca / kg		47
2'000 - 94'000 mg Ca / kg		3 %.	58

*(La valeur 2000 mg Ca/kg terre correspond à la solution de calibrage la moins concentrée 6b)*

**(18c) Exactitude**

Les résultats obtenus dans le réseau de tests interlaboratoires valident l'exactitude de la méthode. Le dosage de Ca par absorption atomique est une méthode standard pour la détermination de la teneur totale en Ca dans une solution.

La FAL a effectué des vérifications durant 2 ans, avec un étalonnage de 1 à 20 mg Ca/L, sur divers réseaux d'analyses et obtenu de bons résultats. Sur une série de 74 de ces échantillons, on a obtenu, avec un étalonnage de 1 à 60 mg Ca/L, des résultats qui ne différaient pas de plus de 60 mg Ca/L.

**(18d) Stabilité des extraits**

La stabilité des extraits est d'au moins 24 heures avant le dosage de Ca,

# Détermination de K, Mg et Ca dans AAE10 par ICP-OES

## 19. Principe

Les teneurs en éléments majeurs (P, K, Mg, Ca) des extraits à l'acétate d'ammonium + EDTA (méthode AAE10-Ex) sont déterminées par spectrométrie d'émission atomique à plasma induit et haute fréquence (ICP-OES) après une dilution 1:10.

Les valeurs ICP-OES pour le phosphore sont généralement plus élevées que celles obtenues par la méthode colorimétrique de référence (AAE10-P) tandis que les valeurs ICP-OES pour le potassium, le magnésium et le calcium sont comparables avec celles obtenues par les méthodes de référence (AAE10-K, AAE10-Mg et AAE10-Ca).

## 20. Exécution

### Appareils et ustensiles:

- (A) Spectromètre d'émission atomique à plasma induit et haute fréquence (ICP - OES)
- (B) Balance (précision 0.001 g)
- (C) Appareil de dilution avec jeu de seringues
- (D) Divers ballons jaugés, béchers et récipients

### Réactifs:

- (1) Chlorure de Césium (CsCl, M = 168.36 g/mol)
- (2) Solution-mère de yttrium (Y, 1 g/L, prête à l'emploi et de teneur certifiée)
- (3) Solution-mère de scandium (Sc, 10 g/L, prête à l'emploi et de teneur certifiée)
- (4) Solution de blanc:  
solution d'acétate d'ammonium + EDTA (pH 4.65), préparée selon la méthode de référence AAE10-Ex
- (5) Solution de blanc modifiée:  
Peser 1.24 g de CsCl (1) dans un ballon jaugé de 1 L. Remplir le ballon à moitié avec le réactif (4). Rajouter un volume de 2 ml de Y (2) et de 0.5 ml de Sc (3) et remuer le mélange jusqu'à dissolution du CsCl. Ajuster à la marque avec le réactif (4)
- (6) Solutions-mère, prêtes à l'emploi et de teneurs certifiées, pour chacun des éléments suivants: phosphore (P), potassium (K), magnésium (Mg) et calcium (Ca)
- (7) Solution de calibration multi-éléments:  
La solution est préparée selon le schéma suivant (voir le tableau ci-dessous). Elle est ajustée à la marque de 100 ml avec la solution de blanc (4)

Elément	Concentration de calibration (mg/L)	Concentration solution-mère (6) (mg/L)	Volume de solution-mère (6) (ml)	Vol. d'ammonium acétate+EDTA mod. (5) (ml)
P	5	1000	0.5	90
K	5	1000	0.5	
Mg	20	1000	2.0	
Ca	150	10'000	1.5	

(8) Blanc d'étalonnage: 90 ml de blanc modifié (5) sont transférés dans un ballon jaugé de 100 ml et ajuster à la marque avec de la solution de blanc (4)

### Mode opératoire:

Les solutions d'échantillons sont diluées 10 x avec la solution de blanc modifiée (5).

Après la période de stabilisation conseillée par le fabricant, régler et optimiser l'ICP-AES (A) selon le mode d'emploi de l'appareil (ajustement de la torche, calibration des longueurs d'onde).

Calibrer ensuite l'ICP-AES (A) avec le blanc d'étalonnage (8) et la solution de calibration multi-éléments (7) et mesurer les solutions d'échantillons l'une après l'autre.

Les réglages suivants sont données à titre indicatif. Ils concernent un ICP-AES à torche axiale et peuvent varier en fonction de la marque de l'appareil.

Puissance [kW]	Flux Plasma [Ar, L/min]	Flux Auxiliaire [Ar, L/min]	Flux Nebulisateur [Ar, L/min]	Pompe péristaltique [ml/min]	temps d'intégration [sec]	Répétitions
1.2	15.0	1.5	0.8	1.1	10	5

Elément	P	K	Mg	Ca
Longueur d'onde [nm]	213.618	766.491	279.078	616.217

La ligne du phosphore (P) à 213.618 nm a été corrigée pour les interférences dues au cuivre, au molybdène et au fer dans l'ordre de leurs importances.

- *Remarques: - L'ajout de césium empêche les erreurs possibles provenant des effets d'ionisation (K, Mg, Ca).  
- L'addition de scandium et d'yttrium comme standards internes permet de corriger les fluctuations du plasma.*

## 21. Calcul

Extraction: 10 g de terre sèche dans 100 ml de solution d'extraction

Résultat: mg d'élément/kg de terre sèche

a = Teneur en élément (mg d'élément/L) dans la solution mesurée en fonction de la courbe d'étalonnage

b = facteur de dilution d'origine: 100 ml de solution d'extrait correspondent à 10g de sol = 100 ml / 10 g = 10 L/kg

c = facteur de dilution supplémentaire = 10

$$\text{mg d'élément / kg de terre sèche} = a[\text{mg/L}] \cdot b[\text{L/kg}] \cdot c = a \cdot 10 \cdot 10 [\text{mg/kg}] = a \cdot 100 [\text{mg/kg}]$$

- *Remarque: Tout autre facteur de dilution supplémentaire devra être inclus dans le calcul.*

## 22. Résultat

mg P/kg de terre sèche: une décimale

mg K/kg de terre sèche: sans décimale

mg Mg/kg de terre sèche: sans décimale

mg Ca/kg de terre sèche: sans décimale

## 23. Remarques

Les valeurs ICP-OES pour le phosphore sont généralement plus élevées que celles obtenues par la méthode colorimétrique de référence (AAE10-P); ceci est dû à la décomposition dans le plasma

des composés organiques phosphorés. Il a été démontré qu'après une oxydation des solutions d'échantillons avec par exemple du Oxisolv® à 95 °C pendant 1 heure en présence d'acide sulfurique, les valeurs obtenues par la méthode colorimétrique de référence sont comparables à celles obtenues par ICP-OES.

Les valeurs ICP-OES pour le potassium, le magnésium et le calcium sont semblables avec celles obtenues par les méthodes de référence (AAE10-Ca, AAE10-K et AAE10-Mg).

En cas de différence, les valeurs obtenues par la méthode de référence sont considérées comme juste.

La mesure d'un blanc d'extraction, lequel aura subi la même préparation que les échantillons de sol (méthode AAE10-Ex) permettra de mettre en évidence un problème de contamination.

Un contrôle de qualité devrait être effectué à intervalles réguliers lors de la détermination:

- par la mesure d'une solution multi-élément standard préparée avec la solution de blanc modifiée (5) mais indépendante de la solution d'étalonnage.
- par la mesure d'un échantillon de référence de matrice semblable aux échantillons à mesurer

Il est conseillé de terminer par la mesure en fin de détermination d'un ultime contrôle de qualité: blanc d'étalonnage (8) et des solutions d'étalonnage (7).

## 24. Validation

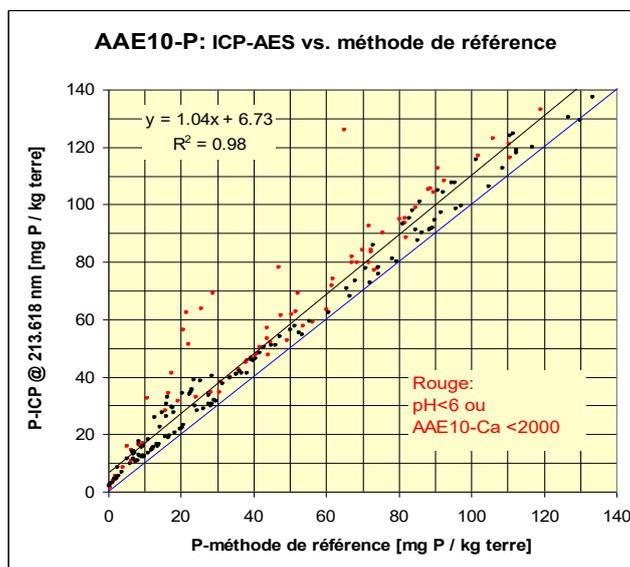
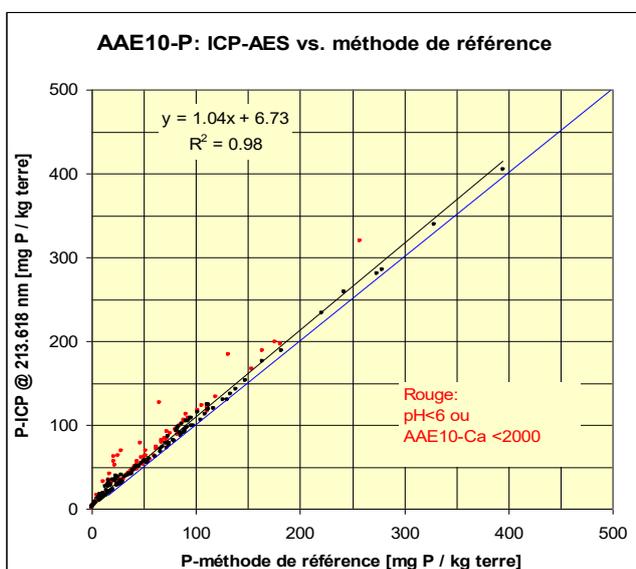
La justesse de la détermination des éléments majeurs par ICP-OES a été contrôlée par la mesure des mêmes solutions d'extraction de 227 sols analysés avec la méthode de référence et par ICP-OES.

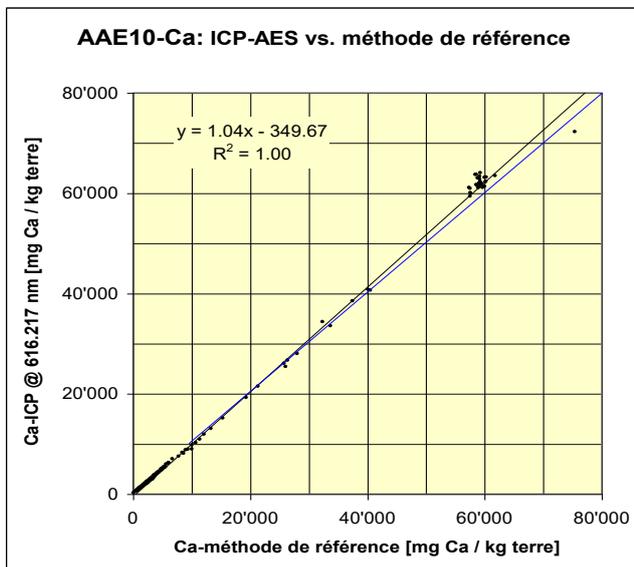
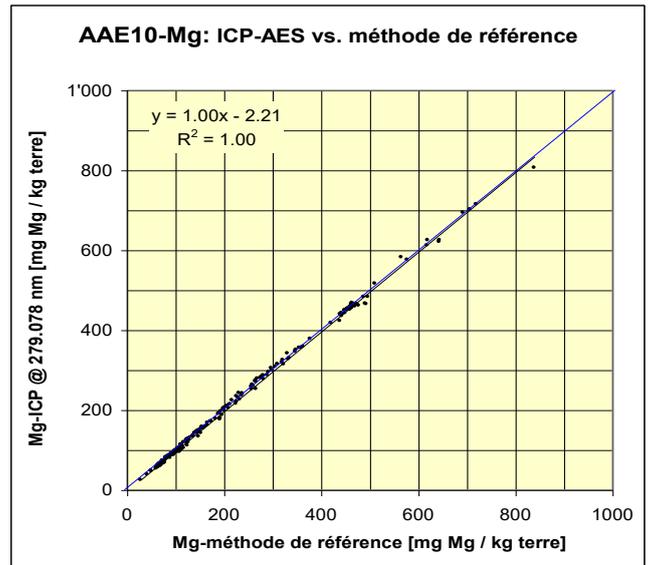
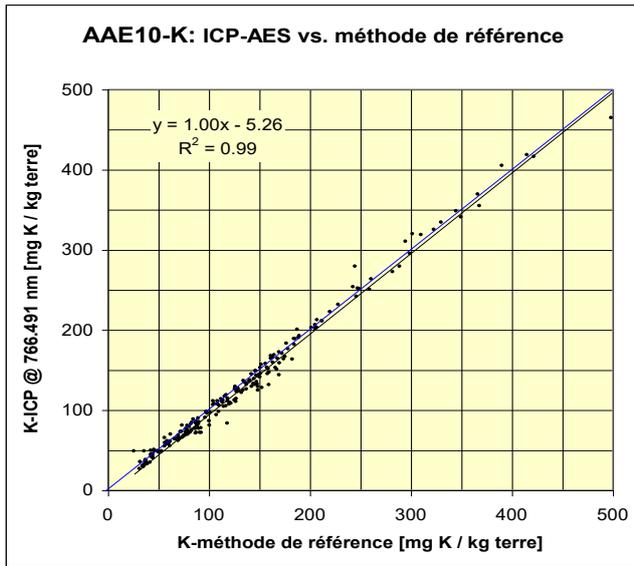
Les échantillons présentent les caractéristiques suivantes:

	pH	Argile	Silt	Humus	AAE10-P	AAE10-K	AAE10-Mg	AAE10-Ca
Teneur					mg / kg terre sèche			
minimale	4.2	5	12	1	0.4	26	28	183
maximale	7.8	62	65	20	395	499	839	75000

La comparaison est illustrée dans les graphiques ci-dessous et aussi caractérisée par les valeurs de régression linéaire. La ligne bleue représente la bissectrice.

De plus, le domaine de teneurs en phosphore du barème d'interprétation (voir PRIF) est illustré en agrandi.





## 25. Histoire

Version	Type du changement	nouveau	avant
Version 1 (1995)	établissement de la méthode		
Version 1.1 (1996)			
Version 1.2 (1997)			
Version 1.3 (1999)	Changement secteur d'utilisation Changement méthode	Addition du chlorure de lanthane	
Version 2.0 (2001)	Révision méthode	Les domaines de calibraton ont été adaptés (unité mg/kg) AAE10-K: 40-500 AAE10-Mg: 100 – 1'500 AAE10-Ca: 2'000 – 60'000	AAE10-K: 100-500 AAE10-Mg: 100 – 500 AAE10-Ca: 1'000 – 5'000
Version 3.0 (2003)	Établissement de la méthode FM-AAE10-ICP		
Version 3.1 (2020)	Éditorial Joint de méthodes Changement du code de la méthode	Publication électronique avec nouveau layout  Les méthodes AAE10-K, AAE10-Mg, AAE10-Ca et FM-AAE10-ICP ont été jointes dans une seule méthode.  AAE10-K-Mg-Ca	3 méthodes de référence séparées et une méthode de recherche  AAE10-K, AAE10-Mg, AAE10-Ca et FM-AAE10-ICP

### Impressum

Éditeur	Agroscope Reckenholzstrasse 191 8046 Zürich <a href="http://www.agroscope.ch/referenzmethoden">www.agroscope.ch/referenzmethoden</a>
Renseignements	Diane Bürge
Copyright	© Agroscope 2020