

Extraction des engrais de recyclage par l'eau régale au four à micro-ondes

Version 1.1 (2020)

Code	RD-KW-Ex		Secteurs d'utilisation possibles
Secteur d'utilisation	Conseil de fumure	Grandes cultures et herbages	
		Légumes (en pleine terre et sous serre)	
		Viticulture, Arboriculture, Culture de baies, Plantes aromatiques et médicinales	
	Caractérisation du site		
	Appréciation des polluants		
	Engrais de recyclage	Compost	x
		Digestat solide	x
		Digestat liquide	
		Boue d'épuration	x
	Engrais de ferme	Fumier	
Lisier			
Engrais minéraux			
Charbon végétal			
Recherche			
Bases légales / Mise en application de prescriptions légales	Mesure des engrais de recyclage selon ORRChim		
Critères de reconnaissance pour les laboratoires	Les limites de l'essai interlaboratoire doivent être respectées. Agroscope publie annuellement une liste des laboratoires reconnus.		
Méthodes correspondantes	Prélèvement de l'échantillon	RD-PN, RD-KP-PN	
	Préparation de l'échantillon	RD-AO-PA	
	extraction	RD-KW-Ex	
	mesure	RD-KW-ICP	

Domaine de concentration / de mesure	
Résultat	
Méthodes équivalentes	La méthode est équivalente à celle décrite dans SN EN 13'346 Procédure C.
Sécurité / environnement	Travaux avec eau régale. Travaux avec de réacteurs de pression pour le four micro-onde.



Extraction des engrais de recyclage par l'eau régale au four à micro-ondes

1. Principe

L'échantillon d'engrais est extrait pendant 20 minutes à 175 °C par l'eau régale dans des récipients fermés au four à micro-ondes. L'extrait est amené à volume dans des ballons jaugés afin d'être utilisé pour la détermination des éléments majeurs et traces.

2. Exécution

Appareils et ustensiles

- (A) Balance analytique avec une précision de 1 mg
- (B) Réacteurs pour four à micro-ondes adaptés aux conditions expérimentales décrites
- (C) Carrousel pour positionner les réacteurs
- (D) Four à micro-ondes programmable pour utilisation au laboratoire d'analyses
- (E) Ballons jaugés de 50 ml
- (F) Filtres plissés Schleicher & Schüll 790 ½
- (G) Bouteille en plastique de 100 ml (LD-PE)
- (H) Lunettes de protection

Réactifs

- (1) Eau (H₂O, Conductivité 55 nS/cm)
- (2) Acide nitrique, 65 %, p. a.
- (3) Acide chlorhydrique, 37 %, p. a.

Mode opératoire

Peser approximativement, mais exactement, 0.5 g d'échantillon d'engrais de recyclage (voir la Méthode RD-AO-PA) directement dans le réacteur (B) en utilisant une balance analytique (A). La pesée est alors mouillée avec 2 ml d'eau (1) avant de rajouter avec précaution 2 ml d'acide nitrique (2), suivi par une pause jusqu'à l'arrêt de la réaction initiale et de la formation de mousse. On rajoute ensuite 6 ml d'acide chlorhydrique (3) et on laisse reposer le mélange dans le réacteur pendant au moins 1 heure à température ambiante. Les réacteurs (B) sont ensuite positionnés et bloqués dans le carrousel (C). Après avoir placé le carrousel dans le four à micro-onde, l'extraction est effectuée par une montée en 10 minutes à 175 °C et pendant 20 minutes à ce palier. Les réacteurs sont alors placés dans la chapelle jusqu'à refroidissement total. Le mélange est alors transféré dans un ballon jaugé de 50 ml (E) et amené à volume avec de l'eau (1). Il est ensuite filtré (F) dans des flacons en plastique (G).

- *L'utilisation d'une chapelle pour les travaux (excepté pour la pesée) est de nécessité absolue, de même que le port de lunette de protection (F)*
- *Les recommandations du fabricant du four à micro-ondes doivent être strictement respectées.*
- *Les senseurs de température situés dans les réacteurs doivent non seulement résister à l'attaque par l'eau régale (p. ex. couche protectrice en céramique), mais aussi plonger dans le liquide pendant toute la durée de l'extraction pour éliminer le danger d'une surpression. Pour les fours micro-ondes équipés de senseur externe au réacteur, il est recommandé d'utiliser un programme de température avec une augmentation lente en énergie pour éviter une montée en pression trop rapide.*
- *La pause d'1 heure avant la fermeture des réacteurs (B) et la durée initiale d'augmentation en température sont données par mesure de sécurité et ne devraient pas être réduites.*

3. Remarques

- La prise d'échantillon et sa préparation sont décrites dans les méthodes de référence s'appliquant au secteur d'utilisation.
- La solution obtenue est utilisée pour la détermination des éléments majeurs (*nutritifs*) et traces (*métaux lourds*).
- Si la méthode de mesure est insuffisamment sensible, il est possible de combiner le contenu de plusieurs réacteurs dans un ballon jaugé de 50 ml (E) et d'ajuster au volume avec de l'eau (1).
- Cette méthode de référence a été développée avec les programmes de température et appareils suivants :

Four à micro-ondes **MLS Ethos** équipé d'un détecteur de gaz et d'un capteur de température interne dans le réacteur de référence.

Programme de chauffage asservi par la mesure directe de la température (voir ci-dessus)

Etape	Durée (Min.)	Puissance maximale (W)	Température interne (°C)	Description
1	10	800	175	Montée en température
2	20	800	175	Palier de température

Four à micro-ondes **MLS Ethos** équipé d'un détecteur de gaz, d'un détecteur infra-rouge externe de température et d'un capteur de température interne dans le réacteur de référence.

Programme de chauffage par étape asservi par la mesure directe de la température

Etape	Durée (Min.)	Puissance maximale (W)	Température interne (°C)	Température externe (°C)
1	2	250	180	110
2	1	0	180	110
3	5	300	180	110
4	1	0	180	110
5	5	400	180	110
6	5	0	180	110
7	5	500	180	110
8	10	370	180	120

Four à micro-ondes **CEM MDS 2100** équipé d'un capteur de pression dans le réacteur de référence

Programme de chauffage par étape asservi par la mesure directe de la pression

Etape	Durée (Min.)	Arrêt à la pression (Min.)	Puissance maximale (W)	Pression (psi)
1	5	2	240	20
2	5	2	288	50
3	15	5	432	120
4	15	5	624	180
5	60	60	0	180

* Le réacteur contenant l'échantillon avec la plus haute teneur en C et la pesée la plus forte est choisi comme réacteur de référence.

4. Validation

En fonction des travaux effectués dans le cadre de l'essai interlaboratoire MARSEP, lesquels seront poursuivis sur une base élargie, les déviations standards de comparaison relatives suivantes ont été obtenues (4 laboratoires, 6 échantillons) :

Element	Ca	Cd	Co	Cr	Cu	Hg	K	Mg	Mo	Ni	P	Pb	Zn
RSD (%)	6.8	9.7	8.6	8.3	6.6	12.4	8.2	4.6	11.3	7.7	4.9	8.8	7.8

Le contrôle de la méthode s'est effectué par l'extraction et l'analyse dans les mêmes conditions expérimentales de l'échantillon de référence certifié BCR 144R. Les déviations relatives moyennes par rapport aux valeurs de référence sont données dans le tableau suivant :

Element	Ca*	Cd	Co	Cr	Cu	Hg	K*	Mg*	Mo	Ni	P*	Pb	Zn
rA (%)	-4.4	-9.8	6.8	7.1	2.3	-	6.4	-2.1	-	1.1	1.2	3.4	1.5

*Les valeurs pour Ca, K, Mg et P sont données comme valeurs indicatives dans le rapport de certification. Aucune valeur n'est mentionnée pour les éléments Hg et Mo.

5. Histoire

Version	Type du changement	nouveau	avant
Version 1.0 (2003)	Établissement méthode		
Version 1.1 (2020)	Changement titre	Extraction des engrais de recyclage par l'eau régale au four à micro-ondes	Extraction des engrais à base de déchets par l'eau régale dans des réacteurs fermés au four à micro-ondes
	Changement code	RD-KW-Ex	AD-KW-Ex
	Publication électronique avec layout différent		
Version 1.2 (2024)	Révision	En cours	

Impressum

Éditeur	Agroscope Reckenholzstrasse 191 8046 Zürich www.agroscope.ch/referenzmethoden
Renseignements	Diane Bürge
Copyright	© Agroscope 2020