

Extraction du bore soluble à l'eau bouillante (1:5)

Version 2.1 (2020)

Code	HWB-Ex		Secteurs d'utilisation possibles
Secteur d'utilisation	Conseil de fumure	Grandes cultures et herbage	x
		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	
		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 le conseil de fumure selon le principe de la fertilisation des cultures agricoles en Suisse (PRIF).		
Critères de reconnaissance pour les laboratoires	-		
Méthodes correspondantes	Prélèvement de l'échantillon	AF-PN	
	Préparation de l'échantillon	AF-PA	
	extraction	HWB-Ex	
	mesure	HW-B	

Domaine de concentration / de mesure	
Résultat	
Méthodes équivalentes	
Sécurité / environnement	<p>Pas de précautions spéciales</p> <p>Pour des raisons de contamination, ne pas utiliser du verre fait de silicate de bore.</p>



Extraction du bore soluble à l'eau bouillante (1:5)

1. Principe

Le bore disponible pour les plantes est extrait de l'échantillon de terre par de l'eau bouillante sous une colonne de refroidissement à reflux.

2. Réalisation

Appareils et ustensiles

- (A) Ballons en quartz de 500 ml.
- (B) Colonne de refroidissement à reflux, en quartz.
- (C) Calotte de chauffage
- (D) Flacons de plastique.
- (E) Entonnoirs (\varnothing 100 mm).
- (F) Papiers-filtres plissés \varnothing 185 mm „adaptés aux analyses de sol“ (après le passage de 50 ml d'une solution neutre de 0.0125 M CaCl_2 , cette solution doit présenter un pH situé entre 4.1 et 4.5).
- (G) Balance (précision 0.1 g).

Réactifs

- (1) Eau déminéralisée (H_2O , conductibilité $< 5 \mu\text{S/cm}$).
- (2) Solution de chlorure de calcium 2.5 M:
Dissoudre 37 g de chlorure de calcium ($\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, $M = 147.02 \text{ g/mol}$) dans 100 ml H_2O (1)

Mode opératoire

Peser (G) 20.0 g de terre fine séchée dans un ballon en quartz (A), y ajouter 100 ml H_2O (1) et faire bouillir (C) durant 5 minutes sous la colonne de refroidissement à reflux (B). Le temps compte à partir du moment où la première goutte de condensation retombe dans la suspension; après 5 minutes, on retire le ballon. Laisser refroidir jusqu'à 25° , ajouter 0.1 ml de solution de CaCl_2 (2), filtrer (E, F) au moins 50 ml dans un flacon de plastique (D). Déterminer la concentration en bore au moyen de l'ICP-AES dans les 5 jours selon la méthode HW-B.

3. Remarques

- Actuellement, la verrerie de laboratoire est généralement faite de silicate de bore; celui-ci peut laisser des traces dans les liquides, en particulier lorsqu'on les chauffe. C'est pourquoi les ballons et la colonne de refroidissement à reflux doivent être en quartz. Il est recommandé de renoncer aux ustensiles en verre pour toute la procédure.
- La prise d'échantillon et sa préparation se déroule selon la méthode de référence correspondant au domaine d'application.
- Par rapport à la version 1996 de cette méthode de référence, la décoloration de l'extrait au moyen de charbon actif est supprimée.

4. Validation

Remarques préliminaires

Cette méthode est relativement peu utilisée. Pour cette raison, l'investissement consenti pour sa validation a été limité au strict nécessaire pour la caractériser et bien identifier tous les points critiques.

L'extraction effectuée selon la méthode de référence en usage jusqu'à maintenant (01.02.96) comprenait une décoloration de l'extrait par le charbon actif, afin que la mesure de la concentration en bore par colorimétrie ne soit pas perturbée. Lors de la validation de cette méthode de détermination, il s'est avéré qu'une coloration de fond à peine perceptible à l'œil nu pouvait causer de graves erreurs de mesure. C'est pourquoi on a passé à la détermination du bore par ICP-AES, une méthode entre-temps bien établie et qui n'est pas influencée par la coloration de l'extrait.

CaCl₂

L'ajout de CaCl₂ dans les extraits, selon la méthode de référence appliquée jusqu'ici (01.02.96) a été maintenu, bien qu'on n'ait trouvé aucune raison valable qui le justifie. Il est possible que cela entraîne la coagulation des particules d'argile grâce à une plus forte attirance ionique et, par là, la suspension se laisse mieux filtrer.

Dans le cas de 3 sols dépourvus de chaux, qui ont passé dans une même série d'extraction, avec ou sans ajout de CaCl₂, les différences ont été <0.04 mg/kg et la filtration s'est déroulée de la même façon. Toutefois, ce constat ne peut pas encore être mis en œuvre de manière généralisée.

Point sensible: le refroidissement

Le refroidissement avant la filtration a une énorme influence sur le résultat: sans refroidissement, les résultats sont 20 à 150% trop élevés, selon les échantillons. Même en ne refroidissant que brièvement dans un bain-marie (à environ 70°), on a observé des valeurs jusqu'à 80% trop élevées. En tendance générale, l'influence du refroidissement est plus forte sur les sols riches en chaux. Lors de la validation de la méthode révisée au 01.02.2011, les ballons ont été refroidis après la phase de chauffe dans un bain de glace durant 10 minutes, ce qui les amenait à la température ambiante. Une plus longue durée de refroidissement n'a pas diminué significativement les valeurs mesurées.

La reproductibilité des résultats étant suffisante (voir méthode HWB), il a été renoncé à un contrôle et à une quantification détaillée des effets du processus de refroidissement (mesure de la température, agent réfrigérant, durée du refroidissement).

Point sensible: Volume de filtration

La concentration de bore est 7% à 44% plus élevée dans les 20 premiers ml du filtrat que dans le reste (N=7). En tendance générale, cette influence est plus prononcée dans les sols riches en chaux, ce qui peut signifier que les premiers ml sont plus acides à cause d'un échange de cations Ca²⁺ (dans la suspension) contre H⁺ (sur le papier-filtre). Un volume de filtration minimal de 50 ml est recommandé, comme décrit dans la méthode actuelle de référence (01.02.1996) où ce volume d'extrait est agité avec du charbon actif. Ce processus diminue l'influence du papier-filtre.

Fiabilité: Temps d'extraction

Ni le prolongement de la durée de chauffe de 5 à 15 minutes sous la colonne de refroidissement à reflux ni la réduction à 1 minute n'ont modifié significativement le résultat. Les variations étaient <0.13 mg/kg et se situaient partiellement dans les limites de dispersion normales pour des déterminations répétées.

Il est souvent fait mention d'erreurs importantes liées au mode de chauffe, sans que ce soit bien documenté pour autant. Il est probable que les erreurs soient dues, en partie du moins, à des techniques de refroidissement différentes d'un laboratoire à l'autre.

Fiabilité: Efficacité de la filtration

12 extraits filtrés ont été injectés dans un filtre à membrane (0.45 µm), sans que le résultat n'en ait été influencé.

Fiabilité: Conservation

Des déterminations indépendantes, répétées sur des filtrats conservés durant 1 à 5 jours après extraction, n'ont révélé aucune différence liée à la durée du stockage.

Reproductibilité

Voir méthode de référence HW-B

Justesse

La justesse de cette méthode conventionnelle ne peut pas être établie formellement. Cependant, le principe de l'extraction est explicable du point de vue chimique: sous l'action de la chaleur, le bore devient labile et se solubilise. Au cours du refroidissement, une partie de ce bore est de nouveau adsorbé, tant par de la matière organique que par des oxydes d'Al ou de Fe ainsi que par des particules d'argile. Les résultats (voir méthode HW-B) indiquent qu'il s'établit un équilibre reproductible, pouvant correspondre à ce qui se passe dans l'eau du sol.

5. Méthode avec décoloration au charbon actif

Si l'on ne dispose pas d'une ICP-AES, il est recommandé de recourir à la détermination du bore par colorimétrie, selon la méthode à l'azométhine (voir HW-B, Annexe). Il est alors nécessaire de décolorer les extraits. Il faut ce qui suit:

- Solution d'acétate d'ammonium 4 M à pH 5.8 (régler avec de l'acide acétique).
- Charbon actif: Agiter 50 g de charbon actif trois fois durant 30 minutes, chaque fois avec 200 ml de solution d'acétate d'ammonium; filtrer et sécher à 60°.

Pour la décoloration, on place environ 50 ml de filtrat dans une bouteille de plastique, on y ajoute 0.5 g de charbon actif, on agite durant 1 heure puis on filtre (papier-filtre plissé Whatmann, 602 ½ EH ou des filtres équivalents comme Sartorius 1291 oder Hahnemühle Typ 597).

6. Histoire

Version	Type du changement	nouveau	avant
Version 1 (1995)	établissement de la méthode		
Version 1.2 (1996)	Éditorial		
Version 2.0 (2011)	révision	Validation	
Version 2.1 (2020)	Élargissement secteur d'utilisation éditorial	Grandes cultures et herbage, légumes, viticulture Publication électronique avec nouveau layout	Grandes cultures et herbage

Impressum

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