

Détermination du Mg dans l'extrait au chlorure de calcium 0.0125M (1:10)

Version 1.4 (2020)

Code	CC-Mg		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		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 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	
	Préparation de l'échantillon	AF-OW-PN	
	extraction	CCMg-Ex	
	mesure	CC-Mg	

Domaine de concentration / de mesure	PRIF : Indice Mg = 30 pour le domaine supérieur
Résultat	Indice Mg (= mg Mg/100 g terre fine sèche) : une décimale. mg Mg/ kg terre fine : une décimale Indice Mg = 10 mg Mg/ kg terre fine
Méthodes équivalentes	
Sécurité / environnement	Pas de précautions spéciales



1. Principe

Le magnésium facilement échangeable et assimilable par la plante, est obtenu par extraction avec une solution de chlorure de calcium (Méthode selon Schachtschabel, voir CCMg-Ex). Dans les extraits de CaCl_2 le magnésium est déterminé par absorption atomique à une longueur d'onde de 202.6 nm.

2. Exécution

Appareils et ustensiles

- (A) Balance d'analyse (précision 0.01 g).
- (B) divers jaugés et pipettes.
- (C) Spectrophotomètre d'absorption atomique (SAA), avec Lampe spécifique (fenêtre de quartz). Mélange air/acétylène, oxydant, flamme maigre, bleue.

Réactifs

- (1) Eau déminéralisée (H_2O , conductivité $< 5 \mu\text{S/cm}$)
- (2) Chlorure de calcium ($\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, $M = 147.02 \text{ g/mol}$)
- (3) Chlorure de calcium 0.125 M:
Peser (A) 1.85 g de CaCl_2 (2) dans un jaugé de 100 ml et mettre au trait avec H_2O (1). Cette solution sert à égaliser la force ionique dans les solutions d'étalonnage.
- (4) Solutions standard de Mg (1000 mg Mg/L), prêt à l'emploi
- (5) Solutions d'étalonnage:
 - (5a) 10 ml solution (3), amener à 100 ml avec de l'eau = 0 mg Mg/L
 - (5b) 0.5 ml solution (4) + 10 ml solution (3), amener à 100 ml avec H_2O (1)
= 5 mg Mg/L
 - (5c) 1.0 ml solution (4) + 10 ml solution (3), amener à 100 ml avec H_2O (1)
= 10 mg Mg/L
 - (5d) 2.0 ml solution (4) + 10 ml solution (3), amener à 100 ml avec H_2O (1)
= 20 mg Mg/L
 - (5e) 3.0 ml solution (4) + 10 ml solution (3), amener à 100 ml avec H_2O (1)
= 30 mg Mg/L
 - (5f) 5.0 ml solution (4) + 10 ml solution (3), amener à 100 ml avec H_2O (1)
= 50 mg Mg/L

Mode opératoire

Le magnésium est mesuré directement dans l'extrait clair (Méthode CCMg-Ex). Le dosage est exécuté par spectrophotométrie d'absorption atomique (C) à la longueur d'onde de 202.6 nm. Si les valeurs mesurées sont supérieures aux solutions d'étalonnage, on dilue l'extrait avec la solution d'extraction (Méthode CCMg-Ex).

3. Calcul

Extraction: pesée = 5 g = 0.05 hg (1 hg = 1 hectogramme = 100g)
Volume = 50 ml = 0.05 L

A = concentration de l'extrait en mg Mg/L

Indice Mg = mg Mg/100 g terre fine sèche = $a[\text{mg/L}] \cdot 0.05 [\text{L}] / 0.05 [\text{hg}] = a$

- Remarque: Des dilutions éventuelles sont à considérer dans le calcul

4. Résultat

On donne deux possibilités de rapporter le résultat :

- Indice Mg (= mg Mg/100 g terre fine sèche) : une décimale.
- mg Mg / kg terre fine : une décimale

5. Remarques

– Blanc de laboratoire : Il est conseillé de mesurer au moins 2 blancs par série (50 ml de la solution d'extraction filtré de la même manière que les échantillons). Des valeurs > indice Mg 0.15 proviennent vraisemblablement de contaminations dues à la filtration ou à la vaisselle de laboratoire et indiquent des résultats non-utilisables.

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

6. Validation

Remarques préliminaires

Contrairement à la version 1997 de cette méthode, la longueur d'onde 202.6 nm, moins sensible, est utilisé pour la mesure au lieu de la longueur d'onde standard 285.2 nm. Ceci permet la mesure des extraits sans dilution, mais nécessite une lampe à cathode creuse avec fenêtre de quartz. (Selon nos informations, d'autres lampes ne sont plus en vente actuellement.)

Depuis la version 2010, on renonce à une compensation du bruit de fond.

Une bonne adaptation à la matrice est obtenue en utilisant des standards avec une concentration de Ca égale à celle des extraits, car Ca est l'élément dominant dans les extraits. La concentration de Ca soluble des échantillons ne contribue guère à la concentration de 12.5 mMol/L de Ca dans les extraits : 95 % des échantillons présentent des concentrations de Ca inférieures à 36 mg Ca/L (0.9 mMol/L) dans l'extrait H2O10 (Stünzi, 2007).

Blancs

3 blancs, c'est-à-dire 50 ml de la solution d'extraction traitée comme un échantillon, étaient mesurés dans chaque série de mesure. Depuis 2003 les valeurs moyennes des séries étaient inférieures à un indice Mg de 0.13 et 99% des blancs différent de ≤ 0.12 de la valeur moyenne de la série.

Précision

Plusieurs extraits étaient combinés pour 4 échantillons avec des indices Mg de 3 à 36. De chacune de ces solutions, 10 mesures ont été faites. L'écart type était un indice Mg de 0.08. Le même résultat est obtenu en diluant 1:20 les échantillons et les standards (0.0125 M CaCl₂, voir méthode CCMg-Ex) et en effectuant la mesure avec 285.2 nm.

Reproductibilité des mesures au laboratoire

99 échantillons, mesurés chacun 3 fois lors des essais inter-laboratoires 2003 - 2008, ont donné pour un intervalle d'indice Mg entre 2 et 60, un écart-type d'indice Mg de 0.1, soit un coefficient de variation de 1%.

19 échantillons furent mesurés au cours de plusieurs années (2-7) en 60 fois (17 - 124). Comme prévu pour cette longue durée, l'écart-type moyenne est légèrement plus élevé (indice Mg 0.3, soit 3%).

Répétabilité

Dans l'essai inter-laboratoires 2009 avec 5 participants, les 14 échantillons avec indice Mg <15 présentent un écart-type moyen d'indice Mg de 0.3, respectivement l'ensemble des 15 échantillons présente un coefficient de variation moyen de 4%

Robustesse

De 19 échantillons, chaque fois 3 extraits étaient analysés dans 2 séries de mesure. Une fois des extraits étaient dilués d'un facteur 1:20 avec la solution d'extraction et mesurés à 285.2 nm (version 1997 de CC-Mg), et l'autre fois les extraits sont mesurés non-dilués à 206.2 nm. Les valeurs moyennes de chaque échantillon ne diffèrent pas d'une manière significative (différence de l'indice de Mg = 0.1 ± 0.1). Cette mesure était faite avec des sols différents, le pH variait entre 5.4 et 8.0 avec des valeurs de calcaire entre 0 et 28% et d'humus entre 2 et 8%.

Pour aucun échantillon, la mesure avec compensation de bruit de fond donnait des résultats différents (différences de l'indice de Mg = 0.1 ± 0.1 soit $1 \pm 2\%$, N = 142).

Domaine de travail

La calibration correspond à l'intervalle délimité par les indices Mg de 5 à 50 et couvre l'intervalle prescrit par DBF-GCH (indice Mg 2 - 29, Agroscope 2009). Précision, reproductibilité et robustesse satisfont aux exigences de DBF-GCH (\pm indice Mg 1).

Justesse

La détermination analytique de Mg dans les solutions aqueuses par spectroscopie atomique est une méthode standard, acceptée depuis des décennies. La concordance entre les différentes méthodes montre l'exactitude des résultats. En plus, le laboratoire de l'ART a employé la méthode de cette révision (1.2.2010) depuis 1997 pour les essais inter-laboratoires et obtenu une bonne concordance avec les autres participants.

7. Bibliographie

- S. Sinaj, R. Flisch, W. Richner, R. Charles (2009). « Données de base pour la fumure des grandes cultures et des herbages (DBF-CHG) », Revue suisse d'Agric. 41 (1), 28.
- Stünzi, H. 2007 : « Comparaison des méthodes d'extraction de K, Mg et Ca », AgrarForschung 14(8), 358-363.

8. 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 (2010)	Révision méthode	Définition des filtres comme dans les méthode CO2-Ex et H2O10-Ex Validation	
Version 1.4 (2020)	éditorial	Publication électronique avec nouveau layout	

Impressum

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