

Détermination du K et du Mg dans l'extrait à l'eau (1 :10)

Version 4.1 (2020)

Code	H2O10-K-Mg		Secteurs d'utilisation possibles
Secteur d'utilisation	Conseil de fumure	Grandes cultures et herbage	
		Légumes (en pleine terre et sous serre)	x
		Viticulture, Arboriculture, Culture de baies, Plantes aromatiques et médicinales	x
	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 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	OW-PN	
	Préparation de l'échantillon	AF-OW-PA	
	extraction	H2O10-Ex	
	mesure	H2O10-P, H2O10-K-Mg	

Domaine de concentration	PRIF : domaine supérieure 75 mg K/ kg terre fine, sauf pour viticulture 45 mg K / kg terre fine 60 mg Mg/ kg terre fine, sauf pour viticulture 345 mg Mg/ kg terre fine
Résultat	mg K/kg de terre fine sèche ; une décimale mg Mg/kg de terre fine sèche ; une décimale.
Méthodes équivalentes	K et Mg peuvent également être mesurées par ICP-OES par exemple. En cas de doute, la méthode avec F-AAS est la référence.
Sécurité / environnement	Pas de précautions spéciales



Mesure de K dans l'extrait à l'eau (1:10)

1. Principe

Le potassium du sol facilement soluble et immédiatement disponible pour les plantes, extrait par l'eau (Méthode H2O10-Ex) est dosé par spectrométrie d'absorption atomique à la flamme, à une longueur d'onde de 769.9nm.

2. Exécution

Appareils et ustensiles

- (A) Spectrophotomètre d'absorption atomique (SAA) avec lampe spécifique. Mélange air/acétylène, oxydant, flamme maigre, bleue.
- (B) Diverse verrerie de laboratoire.
- (C) Balance (précision 0.1 g).

Réactifs

- (1) Eau déminéralisée (H₂O, conductivité < 5 µS/cm).
- (2) Acide chlorhydrique fumant p.a., (w(HCl) 37 % p.a., $M = 36.46$ g/mol, $d = 1.19$).
- (3) Chlorure de lanthane(III) heptahydrate p.a. (LaCl₃·7H₂O, $M = 371.37$ g/mol)
- (4) Solutions de chlorure de lanthane:
 - (4a) Solution de chlorure de lanthane à 2% w/v: Peser 53.2g (C) de chlorure de lanthane (3) dans un jaugé de 1000ml, ajouter 40ml d'acide chlorhydrique (2), agiter et mettre au trait avec de l'eau (1)
 - (4b) Solution de chlorure de lanthane à 0.2% w/v: Transférer 100ml de solution (4a) dans un jaugé de 1000ml, mettre au trait avec de l'eau (1)
- (5) Solution standard de potassium à 1000 mg K/L, prête à l'emploi
- (6) Solutions d'étalonnage:
 - (6a) 10.0 ml de LaCl₃ 2% (3a), compléter à 100ml avec H₂O (1)
= 0.0 mg K/L
 - (6b) 0.25 ml de solution standard (5), 10ml de LaCl₃ 2% (4a), compléter à 100 ml avec H₂O (1)
= 1.0 mg K/L
 - (6c) 0.5 ml de solution standard (5), 10ml de LaCl₃ 2% (4a), compléter à 100 ml avec H₂O (1)
= 2.5 mg K/L
 - (6d) 0.1 ml de solution standard (5), 10ml de LaCl₃ 2% (4a), compléter à 100 ml avec H₂O (1)
= 5.0 mg K/L
 - (6e) 1.0 ml de solution standard (5), 10ml de LaCl₃ 2% (4a), compléter à 100 ml avec H₂O (1)
= 10.0 mg K/L
 - (6f) 2.0 ml de solution standard (5), 10ml de LaCl₃ 2% (4a), compléter à 100 ml avec H₂O (1)
= 20.0 mg K/L

Mode opératoire

Pipeter 9.0 ± 0.5 ml de l'extrait (Méthode H2O10-Ex) dans une éprouvette, ajouter 1ml de LaCl₃ 2% (4a). Dosier le potassium sur le spectrophotomètre d'absorption atomique (A) à une longueur d'onde de 769.9nm.

Remarques :

– Le transfert de l'extrait dans l'éprouvette – sans l'aide de pipettes, etc... - réduit le risque de contamination. Une exactitude de ± 0.5 ml dans le remplissage influence le résultat de $\pm 0.5\%$

– Selon le type d'appareil, il est possible de travailler en mode absorption ou en mode émission. Sur certains appareils, il est recommandé de disposer le brûleur en position oblique dans le but de réduire la courbure de la droite de calibrage.

Si une dilution est nécessaire, utiliser la solution de LaCl_3 à 0.2% (4b).

3. Calcul

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

Calcul: teneur en mg/kg de terre fine sèche.

a = concentration de K en mg/L dans les extraits dilués 1:1.11

$$\begin{aligned} \text{mg K/kg de terre fine sèche} &= a \text{ [mg/L]} \cdot \text{facteur de dilution} \times \text{volume d'extraction [L]} / \text{pesée [kg]} \\ &= a \cdot 1.11 \cdot 0.1/0.01 \\ &= a \cdot 11.1 \end{aligned}$$

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

4. Résultat

mg K/kg de terre sèche; une décimale.

5. Remarques

- Pour un contrôle efficace, il faut intercaler 2-3 sols de référence dans chaque série.
- Une dilution de 10x avant le dosage à 766.5 nm serait plus conventionnelle, mais elle augmenterait le risque de contamination, particulièrement par les produits de nettoyage.
- Des blancs formés par des solutions de 0.125 mM CaCl_2 (voir H2O10-Ex) sont plus réalistes que des blancs contenant seulement de l'eau, car les extraits H2O10 contiennent aussi du Ca^{2+} provenant des échantillons (Stünzi, 2010). Des valeurs basses de K dans les blancs peuvent être corrigées et le résultat peut être amélioré (voir H2O10-Mg); pour des valeurs élevées, la série doit être répétée.

6. Validation

Précision

Résultats de dosages répétés 10 fois sur 3 extraits :

H2O10-K (mg K /kg)	5.4	81.3	119.5
Ecart-type (mg K / kg)	0.04	0.4	1.0
Coefficient de variation	1 %	0.5 %	1 %

Reproductibilité, Robustesse, Justesse

Voir méthode H2O10-Ex

Mesure de Mg dans l'extrait à l'eau (1:10)

7. Principe

Le magnésium du sol facilement soluble et immédiatement disponible pour les plantes, extrait par l'eau (Méthode H2O10-Ex) est dosé par spectrométrie d'absorption atomique à la flamme, à une longueur d'onde de 285.2 nm.

8. Exécution

Appareils et ustensiles

- (A) Spectrophotomètre d'absorption atomique (SAA) avec lampe spécifique. Mélange air/acétylène, oxydant, flamme maigre, bleue.
- (B) Diverse verrerie de laboratoire.
- (C) Balance (précision 0.1 g).

Réactifs

- (1) Eau déminéralisée (H₂O, conductivité < 5 µS/cm).
- (2) Acide chlorhydrique fumant p.a., (w(HCl) 37 % p.a., $M = 36.46$ g/mol, $d = 1.19$).
- (3) Chlorure de lanthane(III) heptahydrate p.a. (LaCl₃.7H₂O, $M = 371.37$ g/mol)
- (4) Solution de chlorure de lanthane à 0.2% w/v : Peser (C) 26.6g de chlorure de lanthane (3) dans un jaugé de 5000 ml, ajouter 20 ml d'acide chlorhydrique (2), agiter et mettre au trait avec de l'eau (1)
- (5) Solutions standard :
 - (5a) Solution standard A (1000 mg Mg/L), prête à l'emploi
 - (5b) Solution standard B (2 mg Mg/L): Dans un jaugé de 500 ml, pipeter 1 ml de la solution standard A (4a), mettre au trait avec la solution de chlorure de lanthane (3a).
- (6) Solutions d'étalonnage:
 - (6a) Solution de lanthane à 0.2% (4) = 0.00 mg Mg/L
 - (6b) 2.0 ml solution standard B (5b), compléter à 100 ml avec solution (4) = 0.04 mg Mg/L
 - (6c) 5.0 ml solution standard B (5b), compléter à 100 ml avec solution (4) = 0.10 mg Mg/L
 - (6d) 10.0 ml solution standard B (5b), compléter à 100 ml avec solution (4) = 0.20 mg Mg/L
 - (6e) 25.0 ml solution standard B (5b), compléter à 100 ml avec solution (4) = 0.50 mg Mg/L

Mode opératoire

Les extraits à doser et les blancs (Méthode H2O10-Ex) sont dilués 10x avec la solution (4) et analysés sur le spectrophotomètre (A) à la longueur d'onde de 285.2 nm.

Si une dilution supplémentaire est nécessaire, utiliser la solution (4).

Remarques:

- On ajoute du lanthane pour prévenir la formation de phosphates de Ca et Mg et pour disposer d'un tampon d'ionisation.
- La même dilution étant utilisée pour le dosage du Ca, on peut préparer des solutions combinées pour le dosage du Mg et du Ca.
- Par blanc on entend une solution de 0.125 mM CaCl₂ filtrée (voir H2O10-Ex et Stünzi, 2010)

9. Calcul

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

Calcul: teneur en mg/kg de terre fine sèche.

a = concentration de Mg en mg/L dans les extraits dilués 1:10

b = concentration moyenne de Mg en mg/L dans les blancs dilués 1:10

$$\begin{aligned} \text{mg Mg/kg de terre sèche} &= (a-b) \text{ [mg/L]} \cdot \text{facteur de dilution} \cdot \text{volume d'extraction [L]} / \text{pesée [kg]} \\ &= (a-b) \cdot 10 \cdot 0.1 / 0.01 \\ &= (a-b) \cdot 100 \end{aligned}$$

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

10. Résultat

mg Mg/kg de terre fine sèche; une décimale.

11. Remarques

- Pour un contrôle efficace, il faut intercaler 2-3 sols de référence dans chaque série.
- Beaucoup de papiers filtres contiennent du Mg qui est libéré par échange ionique avec le Ca²⁺ des extraits. Une contamination de Mg basse peut être compensée en considérant les blancs (0.125 mM CaCl₂ filtré) dans les calculs.
- Si la concentration de Mg dans les blancs (dilués 1:10) est supérieure à 0.01 mg/L (ce qui correspond à 1 mg Mg/kg), la série doit être refaite en utilisant d'autres filtres (Stünzi, 2010).

12. Validation

Précision

Résultats de dosages répétés 10 fois sur 3 extraits :

H2O10-Mg (mg Mg / kg)	6.1	17.4	38.6
Ecart-type (mg Mg / kg)	0.05	0.1	0.2
Coefficient de variation	0.7%	0.3%	0.6%

Reproductibilité, Robustesse, Justesse

Voir méthode H2O10-Ex

13. Bibliographie

Stünzi, H. 2010: NewsLetter 1/2010 der Arbeitsgruppe BDS, Boden-, Dünger- und Schadstoffanalytik (AG2) der Koordinationsgruppe Boden und Düngung (KBD), Seiten 2-5 (s. http://www.agroscope.admin.ch/data/publikationen/1288878543_Bachmann_HJ_Newsletter_1_2010.pdf)

14. 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 du secteur d'utilisation Changement méthode	H2O10-K et H2O10-Mg Cultures spéciales H2O10-Mg : Chapitre 2 : adaptation de la concentration de lanthane	Arbori-, Viti- et Horticultre
Version 2.0 (2004)	Révision totale et validation	H2O10-K et H2O10-Mg La concentration de lanthane est ramenée à 0.2% Domaine de calibrage est adapté aux teneurs usuelles des sols agricoles. Les solutions d'étalonnage sont directement préparées à partir des solutions standards	
Version 3.0 (2008)	Révision de la méthode	H2O10-K et H2O20-Mg Validation et influence des papiers filtres utilisés	
Version 4.0 (2012)	Révision de la méthode	H2O10-K Chapitre 5 : traitement des blancs H2O10-Mg : Chapitres 2, 3, 5 : considération des valeurs blanches	
Version 4.1 (2020)	éditorial	Publication électronique avec nouveau layout Assemblage des méthodes H2O10-K et H2O10-Mg en une méthode	

Impressum

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