

Méthode	Version	Date d'entrée en vigueur
S-II-13	1	10/12/2023
Dosage par spectrophotométrie d'absorption moléculaire du phosphore disponible dans les terres agricoles		

Descriptif	
Paramètre	Phosphore disponible (voir §2)
Référence normative	§ 13 de la présente procédure

Domaine d'application	
Matrice	Sol

Critères de performance		
Limite de quantification (LQ)	-	-
Incertitude à la LQ	-	-
Gamme de travail	-	-

- (a) source norme de référence
 (b) source laboratoire ISSeP : incertitude élargie par combinaison de la reproductibilité intralaboratoire et du biais de la méthode selon la norme ISO 11352:2012
 (c) source laboratoire ISSeP : Validation de la méthode



1. Objet

La présente méthode de référence spécifie une procédure pour le dosage par spectrophotométrie d'absorption moléculaire du phosphore disponible dans les terres agricoles.

2. Domaine d'application

La méthode est applicable aux sols pour la détermination du phosphore dit « disponible », extraits conformément à la procédure S-II-12.

3. Définitions et abréviations

- **Solution tamponnée d'AA-EDTA** : solution préparée à partir d'acétate ammonique, d'acide acétique et d'acide éthylène diamine tétracétique, conformément au § 8 de la procédure S-II-12.

4. Principe

Un échantillon de sol est extrait selon la procédure S-II-12. Le phosphore est ensuite dosé par spectrophotométrie d'absorption moléculaire.

Cette procédure décrit le principe de base qui peut être adapté aux équipements propres du laboratoire, en fonction des recommandations du fabricant de l'équipement ou des validations internes au laboratoire.

5. Conditionnement et conservation de l'échantillon

Les extraits obtenus selon la procédure S-II-12 sont conservés dans un flacon en plastique. Une fois filtrés, ils peuvent être conservés à température ambiante.

6. Appareillages et matériels utilisés

- spectrophotomètre d'absorption moléculaire ;
- balance analytique : précision 1 mg ;
- plaque chauffante.





7. Réactifs utilisés

Coloration bleue (Murphy & Riley)

- molybdate d'ammonium tétrahydraté $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}\cdot 4\text{H}_2\text{O}]$;
- tartrate double d'antimoine et de potassium $[\text{K}(\text{SbO})\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6\cdot 1/2\text{H}_2\text{O}]$;
- H_2SO_4 concentré ;
- acide ascorbique ;
- eau déminéralisée de qualité 2 selon la norme ISO 3696.

Coloration jaune

- acide perchlorique (HClO_4) ;
- vanadate d'ammonium (NH_4VO_3) ;
- molybdate d'ammonium tétrahydraté $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}\cdot 4\text{H}_2\text{O}]$;
- eau déminéralisée de qualité 2 selon la norme ISO 3696.

Solutions de référence

- solutions mères disponibles dans le commerce. Le certificat de traçabilité fournit toutes les données nécessaires, telles que la concentration du ou des éléments présents, l'incertitude de la solution mère ainsi que la durée de conservation de la solution ;
- modifiant de matrice : voir le manuel d'emploi de l'appareil ;
- solution de contrôle : cette solution traçable sera différente des solutions mères.

8. Préparation des réactifs

Solution colorante bleue

Dans un erlenmeyer de 400 ml, peser 12 g de $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}\cdot 4\text{H}_2\text{O}$ et ajouter environ 200 ml d'eau déminéralisée. Agiter et chauffer ; tout le produit doit être dissout.

Introduire le contenu de l'erlenmeyer dans un ballon de 2 litres et rincer.

Dans un berlin, peser 0,290 g de $\text{K}(\text{SbO})\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6\cdot 1/2\text{H}_2\text{O}$ et le transvaser dans le ballon en rinçant abondamment. Ajouter de l'eau déminéralisée pour atteindre un volume total d'environ 1,6 l.

Mettre le ballon dans un courant d'eau froide et introduire progressivement 141 ml d' H_2SO_4 concentré. Attendre que cela refroidisse après chaque petit ajout. Laisser refroidir et mettre au trait à l'eau déminéralisée une fois que le ballon est revenu à température ambiante.

Avant utilisation, ajouter 0,528 g d'acide ascorbique par 100 ml de réactif.



Solution colorante jaune

Dissoudre 1 g de NH_4VO_3 et 20 g de $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ dans environ 500 ml d'eau distillée tiède et ajouter précautionneusement 200 ml de HClO_4 . Laisser refroidir. La solution est transvasée dans un ballon jaugé de 1 litre puis portée au trait à l'eau déminéralisée.

Préparation des solutions de référence (standards)

Utiliser 5 standards minimum par étalonnage répartis uniformément dans la gamme de mesure et conformément aux instructions du manuel de l'appareil.

Les solutions standards sont préparées à partir des solutions mères, de solution d'extraction (solution tamponnée d'AA-EDTA ; procédure S-II-12) et de solution de coloration. La mise au trait se fait avec de l'eau distillée.

9. Mode opératoire

Colorer les extraits de sol avec le type de colorant choisi et préparer les solutions de référence. Attention à bien mélanger toutes les solutions colorées obtenues.

Doser le phosphore par spectrophotométrie d'absorption moléculaire en se référant au manuel de l'utilisateur.

Evacuer les déchets selon la réglementation.

10. Assurance qualité

Afin d'assurer la qualité de l'analyse, le personnel doit être formé à la tâche demandée et un maintien des compétences doit être réalisé régulièrement.

Les équipements doivent être vérifiés régulièrement, afin de s'assurer qu'ils puissent toujours répondre aux tâches demandées.

Un échantillon témoin et des solutions de contrôle sont régulièrement incorporés dans les séries d'analyse (extraction/ dosage). En cas de problème, le laboratoire prendra les mesures appropriées.

11. Calcul et expression des résultats

Par référence à la courbe d'étalonnage (utilisation d'un algorithme), l'appareil détermine la concentration en phosphore dans l'échantillon. Les teneurs en P sont exprimées en mg P/100g TS (terre sèche).





12. Rapport d'essai

Le rapport doit contenir au minimum :

- une référence au milieu extractif utilisé ;
- l'identification complète de l'échantillon de sol ;
- les précisions relatives au traitement préalable auquel l'échantillon a éventuellement été soumis ;
- les résultats du dosage conformément au point 11 ;
- les détails opératoires non prévus dans la présente méthode, ainsi que tout facteur ayant pu affecter les résultats ;
- une référence à la présente méthode de la Région wallonne.

13. Références

- COMMISSION DES SOLS DE WALLONIE (1988). Rapport d'activité pour la période 1987-1988. Faculté des Sciences agronomiques de Gembloux.
- Cottenie, A., Verloo, M., Kiekens, L. et Velghe, G. (1976), Analysemethoden voor planten en gronden, Rijksuniversiteit, Gent.
- Lakanen E. & Ervio R. (1971). A comparison of eight extractants for the determination of plant available micronutrients in soil. Acta Agralia Fennica, 123, 223-232.
- Murphy, J. et Riley, J.P. 1962. A modified single solution method for the determination of phosphate in surface waters. Anal Chim Acta **27**:31-36.

14. Informations de révision

Les principales modifications apportées à cette procédure par rapport à la version précédente sont :

<u>Version précédente</u>	<u>Présente version</u>
	<p>La procédure relative au dosage des éléments est distincte de la procédure relative à l'extraction des éléments ;</p> <p>Les résultats sont exprimés en mg P/100g TS et non pas en g P₂O₅/100g TS ;</p> <p>Plus de détails sont donnés pour la préparation des solutions de coloration et solutions de référence ;</p> <p>Ajout d'un point sur l'assurance qualité des analyses réalisées.</p>