
**Qualité du sol — Dosage du phosphore —
Dosage spectrométrique du phosphore
soluble dans une solution
d'hydrogénocarbonate de sodium**

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

*Soil quality — Determination of phosphorus — Spectrometric
determination of phosphorus soluble in sodium hydrogen carbonate
solution*
<https://standards.iteh.ai/standards/sist/323f707b-5b1d-4ff1-8002-9291174bc78e/iso-11263-1994>



Avant-propos

L'ISO (Organisation internationale de normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (comités membres de l'ISO). L'élaboration des Normes internationales est en général confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique créé à cet effet. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO participent également aux travaux. L'ISO collabore étroitement avec la Commission électrotechnique internationale (CEI) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 11263 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 190, *Qualité du sol*, sous-comité SC 3, *Méthodes chimiques et caractéristiques du sol*.

L'annexe A de la présente Norme internationale est donnée uniquement à titre d'information.

© ISO 1994

Droits de reproduction réservés. Sauf prescription différente, aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie et les microfilms, sans l'accord écrit de l'éditeur.

Organisation internationale de normalisation
Case Postale 56 • CH-1211 Genève 20 • Suisse

Imprimé en Suisse

Qualité du sol — Dosage du phosphore — Dosage spectrométrique du phosphore soluble dans une solution d'hydrogénocarbonate de sodium

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit une méthode d'extraction et les conditions analytiques de détermination de la teneur de l'extrait en phosphore soluble dans une solution d'hydrogénocarbonate de sodium. Après extraction, deux types de coloration sont possibles. Le paragraphe 4.2 définit les spécifications de la coloration à la température ambiante. Le paragraphe 4.3 définit les spécifications de la coloration après chauffage à température élevée. La présente Norme internationale est applicable à tous les types de sols.

2 Références normatives

Les normes suivantes contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui en est faite, constituent des dispositions valables pour la présente Norme internationale. Au moment de la publication, les éditions indiquées étaient en vigueur. Toute norme est sujette à révision et les parties prenantes des accords fondés sur la présente Norme internationale sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer les éditions les plus récentes des normes indiquées ci-après. Les membres de la CEI et de l'ISO possèdent le registre des Normes internationales en vigueur à un moment donné.

ISO 3696:1987, *Eau pour laboratoire à usage analytique — Spécification et méthodes d'essai*.

ISO 11464:1994, *Qualité du sol — Prétraitement des échantillons pour analyses physico-chimiques*.

ISO 11465:1993, *Qualité du sol — Détermination de la teneur pondérale en matière sèche et en eau — Méthode gravimétrique*.

3 Principe

Un sol prétraité conformément à l'ISO 11464 est traité au moyen d'une solution à 0,5 mol/l d'hydrogénocarbonate de sodium de pH 8,50, de façon à réduire la concentration des ions calcium, aluminium et fer(III) par précipitation de carbonate de calcium et d'hydroxydes d'aluminium et de fer(III) et de façon à libérer les ions phosphates dans la solution.

La teneur en phosphore de l'extrait limpide est mesurée par une méthode spectrométrique comportant la formation soit d'un complexe antimoine-phosphate-molybdate (à température ambiante, voir 4.2), soit d'un complexe phosphate-molybdate (à chaud, voir 4.3), chaque complexe étant réduit au moyen d'acide ascorbique pour former un complexe bleu.

4 Réactifs

Tous les réactifs doivent être de qualité analytique reconnue. Utiliser de l'eau correspondant à la classe 2 de l'ISO 3696.

4.1 Réactifs utilisés pour la formation des deux complexes colorés

4.1.1 Solution d'hydroxyde de sodium, $c(\text{NaOH}) = 1 \text{ mol/l}$.

Dissoudre 40,0 g $\pm$ 0,4 g de pastilles d'hydroxyde de sodium (NaOH) dans de l'eau. Laisser refroidir et diluer à 1 000 ml avec de l'eau. Conserver dans un flacon hermétique en matière inerte.

4.1.2 Solution d'extraction.

Dissoudre 42,0 g $\pm$ 0,1 g d'hydrogénocarbonate de sodium (NaHCO_3) dans 800 ml d'eau. Ajuster le pH à

8,50 ± 0,02 avec une solution d'hydroxyde de sodium (4.1.1). Verser la solution dans une fiole jaugée de 1 000 ml et compléter jusqu'au trait repère avec de l'eau.

NOTE 1 Ce réactif doit être utilisé dans les 4 h suivant sa préparation.

4.1.3 Charbon activé, donnant une absorbance du blanc, A_B , de moins de 0,015, ou bien préparé de la manière suivante.

Peser 100 g ± 1 g de charbon dans un bécher de 1 000 ml et ajouter 400 ml de solution d'extraction (4.1.2). Mélanger à l'aide d'un agitateur magnétique pendant 2 h. Filtrer sur papier exempt de phosphore et répéter le lavage en utilisant le même volume de solution d'extraction. Filtrer à nouveau le charbon et le laver à l'eau jusqu'à obtention d'eaux de lavage d'un pH de 7,0 ± 0,1. Sécher le charbon à 105 °C ± 2 °C.

4.1.4 Acide sulfurique, $\rho = 1,84$ g/ml.

4.1.5 Solution d'acide sulfurique,

$c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 5$ mol/l.

Verser 400 ml ± 10 ml d'eau dans un bécher de 1 000 ml. Ajouter avec précaution 278 ml ± 5 ml d'acide sulfurique (4.1.4) sans cesser de mélanger. Laisser refroidir jusqu'à 20 °C ± 5 °C et compléter jusqu'au trait repère avec de l'eau.

4.1.6 Réactif sulfomolybdique.

Verser environ 400 ml d'eau dans un bécher de 1 000 ml. Ajouter avec précaution 278 ml ± 5 ml d'acide sulfurique (4.1.4) sans cesser de mélanger. Laisser refroidir jusqu'à 50 °C. Ajouter ensuite 49,08 g ± 0,01 g d'heptamolybdate d'ammonium tétrahydraté $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ et mélanger jusqu'à dissolution. Laisser refroidir jusqu'à 20 °C ± 5 °C et compléter jusqu'au trait repère avec de l'eau.

NOTE 2 Conservé dans un flacon de verre ambré, ce réactif est stable pendant de nombreuses années.

4.1.7 Solution mère titrée d'orthophosphate, contenant 450 mg/l de phosphore.

Peser 1,976 g ± 0,001 g de dihydrogénophosphate de potassium (KH_2PO_4), séché à l'étuve pendant 2 h à 105 °C ± 1 °C, dans une fiole jaugée de 1 000 ml. Dissoudre et compléter avec de l'eau.

NOTE 3 Conservée à 4 °C, cette solution est stable pendant 3 mois.

4.1.8 Solutions étalons.

Prélever à l'aide d'une pipette les volumes de la solution mère étalon (4.1.7) indiqués au tableau 1 et les verser dans une série de fioles ayant un volume nominal de 1 000 ml. Compléter au volume avec la solution d'extraction (4.1.2). Ces solutions sont stables pendant un mois.

Tableau 1 — Solutions mères étalons et concentrations en phosphore

Solution mère étalon ml	Concentration en phosphore mg/l
0,000	0,000
1,000	0,45
5,00	2,25
10,00	4,50
20,00	9,00

4.2 Réactifs utilisés pour la formation du complexe coloré à la température ambiante

4.2.1 Solution de thiosulfate de sodium, 12 g/l.

Dissoudre 1,20 g ± 0,01 g de thiosulfate de sodium pentahydraté ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) dans 100 ml d'eau. Ajouter 50 mg ± 1 mg de carbonate de sodium (Na_2CO_3) récemment préparés comme conservateur.

4.2.2 Solution de métabisulfite de sodium, 200 g/l.

Dissoudre 20,0 g ± 0,1 g de métabisulfite de sodium ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$) récemment préparés dans 100 ml d'eau.

AVERTISSEMENT — Le métabisulfite de sodium produit des gaz dangereux à inhaler.

4.2.3 Solution de tartrate(III) oxyde-antimonico-potassique, 0,5 g/l.

Dissoudre 0,500 g ± 0,01 g de tartrate(III) oxyde-antimonico-potassique hémihydraté $[\text{K}(\text{SbO})\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot 0,5\text{H}_2\text{O}]$ dans 1 000 ml d'eau.

AVERTISSEMENT — Les composés d'antimoine sont fortement toxiques.

4.2.4 Réactif utilisé pour la formation du complexe coloré.

Dissoudre 1,00 g ± 0,01 g d'acide ascorbique ($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6$) dans 525 ml d'eau. Ajouter ensuite

- 10 ml de réactif sulfomolybdique (4.1.6);
- 15 ml de solution d'acide sulfurique (4.1.5); et
- 50 ml de solution de tartrate(III) oxyde-antimonico-potassique (4.2.3).

Bien mélanger. Le volume obtenu est approximativement de 600 ml.

Ce réactif doit être utilisé dans les 30 min suivant sa préparation.

4.3 Réactif utilisé pour la formation du complexe coloré à température élevée

4.3.1 Réactif utilisé pour la formation du complexe coloré.

Dissoudre $1,00 \text{ g} \pm 0,01 \text{ g}$ d'acide ascorbique ($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6$) et $50 \text{ mg} \pm 0,5 \text{ mg}$ de thiosulfate de sodium pentahydraté ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) dans 720 ml d'eau, puis ajouter

- 15 ml de réactif sulfomolybdique (4.1.6); et
- 65 ml de solution d'acide sulfurique (4.1.5).

Bien mélanger. Le volume obtenu est approximativement de 800 ml.

Ce réactif doit être utilisé dans les 30 min suivant sa préparation.

5 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

5.1 Appareillage utilisé pour la formation des deux complexes colorés

5.1.1 Balance analytique, d'une lisibilité de $\pm 0,001 \text{ g}$.

5.1.2 Agitateur, capable d'empêcher le dépôt de la solution d'extraction de sol.

5.1.3 pH mètre, d'une lisibilité de $\pm 0,01$ unité de pH.

5.1.4 Spectromètre, capable de mesurer l'absorbance pour des longueurs d'onde jusqu'à 900 nm et pouvant être utilisé avec des cuves optiques de 10 mm d'épaisseur (d'une lisibilité de 0,001 unité d'absorbance).

5.1.5 Cuves optiques, de 10 mm d'épaisseur.

5.2 Appareillage utilisé pour la coloration à température élevée

5.2.1 Agitateur vortex

5.2.2 Bain thermostaté

6 Mode opératoire

6.1 Détermination de la masse sèche

Prétraiter l'échantillon de sol conformément à l'ISO 11464. Déterminer la masse sèche de l'échantillon prétraité conformément à l'ISO 11465.

6.2 Extraction

Peser $5,00 \text{ g} \pm 0,01 \text{ g}$ de sol prétraité et le placer dans une fiole de 250 ml. Ajouter 1,0 g de charbon activé (4.1.3) et $100 \text{ ml} \pm 0,5 \text{ ml}$ de solution d'extraction (4.1.2). Reboucher la fiole et placer celle-ci immédiatement sur l'agitateur (5.1.2). Agiter pendant exactement 30 min à $20^\circ\text{C} \pm 1^\circ\text{C}$ (l'agitation empêche le dépôt de sol dans la solution d'extraction). Dans la minute suivant la fin de l'agitation, filtrer à l'aide d'un papier exempt de phosphore dans un récipient sec.

Préparer une solution d'essai à blanc selon la procédure précédemment décrite sans sol.

6.3 Formation du complexe coloré

6.3.1 Coloration à la température ambiante

Dans une série de fioles jaugées de 50 ml, verser 5,00 ml

- soit de solution d'essai à blanc préparée comme indiqué en 6.2;
- soit d'extrait de sol préparé comme indiqué en 6.2;
- soit de solutions d'étalons préparées comme indiqué en 4.1.8.

Ajouter ensuite avec soin dans chaque fiole 0,5 ml de solution d'acide sulfurique (4.1.5) et agiter doucement de façon à libérer le dioxyde de carbone.

Ajouter 4,0 ml de solution de métabisulfite de sodium (4.2.2) et 6,0 ml de solution de thiosulfate de sodium (4.2.1). Reboucher immédiatement, bien mélanger et laisser reposer 30 min. Ajouter ensuite 30,0 ml d'indicateur coloré (4.2.4), compléter jusqu'au trait repère

avec de l'eau, reboucher et bien mélanger. Laisser reposer 60 min pour laisser la couleur se développer.

6.3.2 Coloration à température élevée

- Dans une série de tubes, verser 2,00 ml
- soit de la solution d'essai à blanc préparée comme indiqué en 6.2;
 - soit de l'extrait de sol préparé comme indiqué en 6.2;
 - soit de solutions étalons préparées comme indiqué en 4.1.8.

Ajouter ensuite dans chaque tube 8,0 ml de réactif couleur (4.3.1) et bien mélanger. Laisser reposer 60 min.

Placer les tubes dans le bain-marie à 90 °C (5.2.2) pendant 10 min pour laisser se développer la couleur. Les laisser refroidir jusqu'à 20 °C et mélanger au moyen d'un agitateur vortex (5.2.1).

6.4 Mesurage spectrométrique

Le mesurage doit être effectué dans la partie linéaire de la courbe d'étalonnage.

6.4.1 Mesurage spectrométrique après coloration à la température ambiante

Mesurer l'absorbance de chaque solution par rapport à l'eau à 880 nm au moyen de cuves optiques de 10 mm, dans les 30 min suivant la coloration. Noter les valeurs.

NOTE 4 On peut utiliser une longueur d'onde de 710 nm si une perte de sensibilité peut être admise et à condition d'avoir vérifié la linéarité et l'absence de déviation.

6.4.2 Mesurage spectrométrique après coloration à température élevée

Mesurer l'absorbance de chaque solution par rapport à l'eau à 825 nm au moyen de cuves de 10 mm (5.1.5). Noter les valeurs.

6.5 Calcul

La teneur en phosphore soluble dans l'hydrogénocarbonate de sodium, en milligrammes par kilogramme de sol séché est calculée d'après l'équation suivante:

w_P = (rho_P(A_ES - A_B) / (A_S - A_0)) * (20d * m_1 / m_2)

où

- rho_P est la concentration, en milligrammes par litre, dans la solution étalon choisie en phosphore (voir tableau 1);
- A_ES est l'absorbance de l'extrait de sol;
- A_B est l'absorbance de la solution d'essai à blanc;
- A_S est l'absorbance de la solution étalon;
- A_0 est l'absorbance de 0,000 mg P/l de la solution étalon (voir tableau 1);
- d est le facteur de dilution de l'extrait de sol (si nécessaire);
- m_1 est la masse, en grammes, de sol séché à l'air;
- m_2 est la masse, en grammes, de sol séché à l'étuve.

7 Répétabilité

La répétabilité du dosage du phosphore soluble dans une solution d'hydrogénocarbonate de sodium après coloration à température ambiante ou à température élevée doit respecter les conditions données au tableau 2.

Tableau 2 — Répétabilité

Teneur en phosphore mg/kg	Écart admissible
≤ 10	3 mg P/kg
> 10 à 25	40 % de la valeur
> 25 à 100	15 mg P/kg
> 100	25 % de la valeur

8 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les informations suivantes:

- a) une référence à la présente Norme internationale;
- b) une référence à la méthode utilisée;
- c) toute information nécessaire pour l'identification complète de l'échantillon;
- d) les résultats du dosage, en nombre entier de milligrammes de phosphore par kilogramme, calculés sur la base d'un sol séché en étuve;
- e) tous les détails opératoires non prévus dans la présente Norme internationale, ou considérés comme facultatifs, ainsi que tous les facteurs susceptibles d'avoir agi sur les résultats.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 11263:1994

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/323f707b-5b1d-4ff1-8002-9291174bc78e/iso-11263-1994>

Annexe A (informative)

Bibliographie

- [1] BARROW, N.J. et SHAW, T.C. Sodium bicarbonate as an extractant for soil phosphate: II. Effect of varying the conditions of extraction on the amount of phosphate initially displaced and on the secondary adsorption (1976), *Geoderma* **16**, pp. 109-123.
- [2] DUVAL, L. Étude des conditions de validité du dosage céruléomolybdique de l'acide phosphorique. Conséquences pratiques (1963), *Chim. Anal.* **45**, pp. 237-250.
- [3] GRIGG, J.L. The relationship between levels of soil phosphorus and responses to applied phosphorus in pasture topdressing trials (1972), *N.Z. Journal of Agricultural Research* **15**, pp. 643-652.
- [4] OLSEN, R., COLE, C.V., WATANABE, F.S. et DEAN, L.A. Estimation of available phosphorus in soils by extraction with sodium bicarbonate (1954), *U.S. Dept. of Agric. Cir.* **939**.
- [5] STONE, B. Effect of temperature and shaking rate on sodium bicarbonate soluble phosphorus (1971). Soil Res. Branch, Canada, Dept. of Agric., CEF, Ottawa, Ontario, Contr. No. 357.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 11263:1994

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/323f707b-5b1d-4ff1-8002-9291174bc78c/iso-11263-1994>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 11263:1994

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/323f707b-5b1d-4ff1-8002-9291174bc78e/iso-11263-1994>