

METHODE RAPIDE D'EXTRACTION POUR L'ESTIMATION QUANTITATIVE
DE LA RICHESSE EN POTASSIUM DES FEUILLES DE CANNES

Notes de Laboratoire

Jacques GAUTHEYROU
Chimiste

Michèle GAUTHEYROU
Chimiste

janvier 1962

P L A N

Pages		Pages	
I	I./- Introduction	4	V./- Critique de la méthode
I	II./- Prélèvement: a) échantillon-		1) extraction
	nage		2) broyage
2	b) séchage	5	3) précision
	c) broyage		a) fidélité
2	III./- Analyse	6	b) détermination exactitude
	a) principe		
	b) matériel	7	VI./- Extension au phosphore
3	c) réactifs	7	VII./- " à l'azote
	d) mode opératoire	7	Résumé
	e) calculs		
3	IV./- Cadence de travail		

DIAGNOSTIC FOLIAIRE

METHODE RAPIDE D'EXTRACTION POUR L'ESTIMATION QUANTITATIVE DE LA RICHESSE EN POTASSIUM DES FEUILLES DE CANNES

I./- INTRODUCTION - Il est intéressant de pouvoir déterminer rapidement le niveau d'alimentation en potassium dans le but de corriger, par exemple, la fumure en cours de végétation.

Certains auteurs ont pensé à utiliser directement la sève des plantes à tester et à la doser, après dilution convenable, au photomètre (Evans).

Cette méthode demande une mise au point assez longue et oblige à doser, dans un délai assez court, les jus extraits qui risquent de se concentrer ou de cultiver.

La méthode, mise au point au Bureau des Sols des Antilles, permet d'obtenir des résultats très semblables à ceux du diagnostic foliaire classique (voir fascicule I, dosage de N, P, K, Na, Ca, Mg dans les feuilles de cannes, 1960) ce qui permet une interpolation rapide.

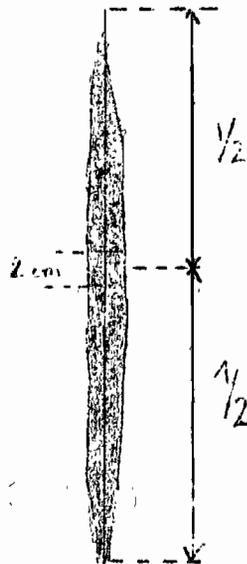
II./- PRELEVEMENT -

a) Echantillonnage -

- Sur des rejetons de 3 ou 4 mois $1/2$, prélever 100 feuilles (par pièce jusqu'à 10 ha) de préférence assez tôt le matin, dans des pièces plantées à la même époque.

On obtient ainsi des échantillons parfaitement comparables, les teneurs en éléments étant fortement influencées par la pluviométrie.

- Couper à la partie centrale de la feuille (1er collet visible) une bande de 1 à 2cm de large en éliminant la nervure médiane (cette opération est effectuée au moyen d'un petit massicot sur un paquet de feuilles).



- Chaque échantillon est placé dans un sac en papier numéroté.

b) Séchage -

Le séchage est effectué directement dans le sac ouvert, dans une étuve à ventilation à 100°C ou sous tubes Infra Rouge.

Les échantillons ainsi stabilisés, il est possible de différer l'analyse.

Le poids de l'échantillon prélevé est de 5g sec environ.

c) Broyage -

Passer au broyeur Wiley avec tamis AFNOR N°27 (ouverture 0,40mm).

III./- ANALYSE -

a) Principe -

Le potassium existe dans les plantes sous forme de sels facilement solubles en milieu aqueux.

L'extraction se fait avec un réactif faiblement acide. Le dosage est effectué au photomètre de flamme.

b) Matériel -

- 50 piluliers de 90ml à cape polythène ϕ 40mm (extraction)
- 50 béchers de 50ml forme basse (filtration)
- 1 photomètre de flamme alimenté au propane avec filtres interférenciels (dosage)
- 5 fioles polythène de 250ml pour standards
- 1 distributeur de fractions Héron et ~~Com~~artin de 50ml

- Distributeur de fractions type Héron et ~~Com~~artin de 50ml
- Pilulier de 90ml et bécher de 50ml en position de filtration.



c) Réactifs -

- Standards : de préférence utiliser les standards complexes de la méthode classique (p.13 à 15, fascicule I).

Gamme d'utilisation : 20, 50, 100, 150, 200 μ /ml de K^+ .

- Réactif d'extraction : pour 1 litre, 10ml de HCl, d=1,19. Compléter avec H_2O .

d) Mode opératoire -

- Peser 500mg de poudre de feuilles (conservée en salle climatisée) sur une main en nickel tarée et verser dans un pilulier sec.

- Ajouter 50ml de réactif acide d'extraction au moyen d'un distributeur de Héron et Commartin.

- Mettre un filtre de 40mm de ϕ à l'intérieur de la cape en polythène qui comporte 2 trous de 4mm.

- Agiter à la main 30 secondes environ pour bien mouiller la poudre.

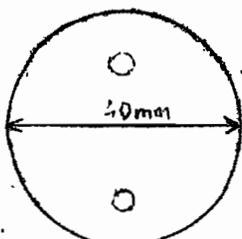
- Laisser en contact 10 minutes en agitant de temps en temps.

- Renverser sur un béccher de 50ml forme basse et laisser filtrer (un trou sert à la filtration, l'autre en haut, à la rentrée d'air).

- Arrêter la filtration à 10ml qui sont largement suffisant pour effectuer le dosage au photomètre (2 à 3ml).

- Couvrir avec un verre de montre.

- Passer les filtrats au photomètre immédiatement pour évidemment les erreurs dues à l'évaporation.



cape polythène



cape polythène (filtre N°III Durieux blanc).

filtre
 ϕ 40mm

pilulier
500mg poudre



béccher de
50ml

+
50ml réac-
tif extrac-
tion

e) Calculs -

Utiliser les tables de la méthode classique (fascicule N°I, p.17).

IV./- CADENCE DE TRAVAIL -

Pour un technicien, suivant l'entraînement et les capacités, 100 à 150 échantillons par jour :

- pesées	3 h 30'
- extraction - filtration	1 h 30'
- dosage photomètre	2 h 00
<u>calculs</u>	<u>1 h 00</u>
Total	8 h 00

Le lavage de la verrerie et le broyage des échantillons sont faits par un garçon de laboratoire.

V./- CRITIQUE de la METHODE -

I/ Extraction -

Le potassium n'est pas le seul élément extrait. Le phosphore, le calcium, le magnésium, ... sont aussi solubilisés, mais assez inégalement. Le temps de solubilisation ne doit pas dépasser 10 minutes, car on serait gêné par la solubilisation excessive de matières organiques qui ont pour effet d'augmenter légèrement la température de la flamme et par là même la teneur apparente en potassium, d'où erreur positive.

Parmi les éléments organiques solubilisés, on peut citer notamment :

- des glucides (oses, holosides, hétérosides). Il y a hydrolyse de ces derniers si le contact est trop long.
- des gommes qui peuvent s'hydrolyser légèrement pour donner des oses.
- des matières pectiques.

Le réactif d'extraction laisse intactes les hémicelluloses qui ne se solubiliseraient qu'à chaud, la cellulose et la lignine.

L'amidon, surtout relativement abondant dans les cannes prélevées tard l'après-midi, n'est que très faiblement hydrolysé (sans arriver au stade final de l'hydrolyse).

Une étude chromatographique plus approfondie est actuellement en cours pour préciser la nature des différents éléments, en fonction du temps de contact.

2/ Broyage -

Le limbe de la feuille utilisé pour l'analyse doit

être broyé assez finement, d'une part pour permettre un échantillonnage valable et une pesée facile, d'autre part pour permettre la diffusion rapide du potassium, les cellules fibreuses devant être suffisamment divisées.

3/ Précision -

Il est nécessaire d'observer les mêmes précautions au photomètre que pour la méthode classique, (notamment acidité des réactifs identique à celle des échantillons) (voir fascicule N°1, p.56 à 59).

a) Détermination de la fidélité

Sur 20 échantillons de la même poudre

N°	K ⁺ g %	moenne	écart avec la moenne	erreur %
1	1.055		+ 0.008	+ 0.76
2	1.055		+ 0.008	+ 0.76
3	1.055		+ 0.008	+ 0.76
4	1.055		+ 0.008	+ 0.76
5	1.055		+ 0.008	+ 0.76
6	1.025		- 0.022	- 2.10
7	1.055		+ 0.008	+ 0.76
8	1.055		+ 0.008	+ 0.76
9	1.055		+ 0.008	+ 0.76
10	1.025		- 0.022	- 2.10
11	1.055	1.047	+ 0.008	+ 0.76
12	1.055		+ 0.008	+ 0.76
13	1.055		+ 0.008	+ 0.76
14	1.025		- 0.022	- 2.10
15	1.055		+ 0.008	+ 0.76
16	1.055		+ 0.008	+ 0.76
17	1.055		+ 0.008	+ 0.76
18	1.025		- 0.022	- 2.10
19	1.025		- 0.022	- 2.10
20	1.055		+ 0.008	+ 0.76

CONCLUSION - Les écarts observés au photomètre sont de une division avec le réglage utilisé (de 75 à 76).

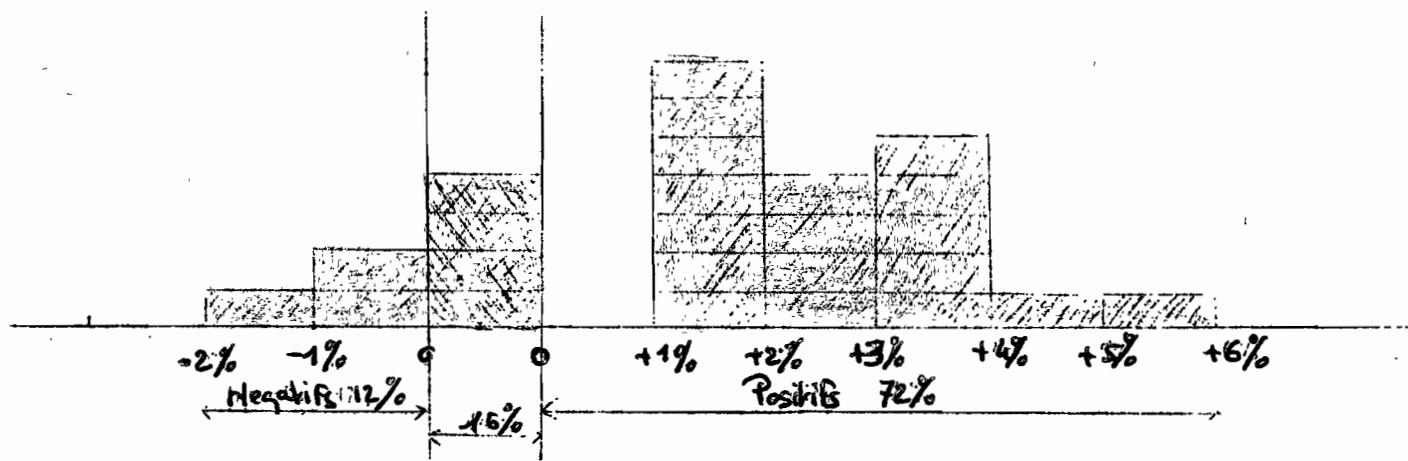
La solubilisation des éléments perturbateurs étant constante si on respecte le temps de contact et d'extraction, la fidélité est très bonne.

b) Détermination de l'exactitude

Comparaison avec 25 échantillons différents analysés par la méthode classique.

(chaque résultat est la moyenne de 3 analyses)

N° Ech.	K ⁺ g % méth. classique	K ⁺ g % extraction HCl	écart avec l'anal. de référ.	erreur %
1	0.810	0.850	+ 0.040	+ 4.7
2	0.870	0.920	+ 0.050	+ 5.4
3	0.980	1.020	+ 0.040	+ 3.9
4	1.120	1.160	+ 0.040	+ 3.4
5	1.000	1.040	+ 0.040	+ 3.8
6	0.780	0.800	+ 0.020	+ 2.5
7	1.290	1.310	+ 0.020	+ 1.5
8	1.400	1.380	+ 0.020	+ 1.4
9	1.430	1.450	+ 0.020	+ 1.3
10	1.170	1.160	- 0.010	- 0.8
11	1.070	1.070	0.000	0.0
12	1.200	1.190	- 0.010	- 0.8
13	1.300	1.300	0.000	0.0
14	1.190	1.190	0.000	0.0
15	0.940	0.960	+ 0.020	+ 2.1
16	1.070	1.090	+ 0.020	+ 1.8
17	1.080	1.100	+ 0.020	+ 1.8
18	0.900	0.910	+ 0.010	+ 1.1
19	1.270	1.310	+ 0.040	+ 3.0
20	1.300	1.340	+ 0.040	+ 3.0
21	1.380	1.420	+ 0.040	+ 2.8
22	1.000	1.020	+ 0.020	+ 1.9
23	1.050	1.080	+ 0.030	+ 2.8
24	1.140	1.140	0.000	0.0
25	1.190	1.170	- 0.020	- 1.7



CONCLUSION -

- 72 % des échantillons présentent une erreur positive moyenne de 2.7 %, avec un extrême de 5.4 % (augmentation due à la matière organique).
- 16 % des échantillons ont une valeur identique.
- 12 % présentent une erreur négative moyenne de 1.1 %.

L'exactitude est donc convenable pour le but poursuivi.

VI./- EXTENSION DE LA METHODE AU DOSAGE DU PHOSPHORE -

Les essais effectués dans ce but n'ont pas été très satisfaisants. Nous avons utilisé une méthode par colorimétrie avec réduction par l'acide ascorbique.

1ml de solution d'extraction suffit. L'extraction est insuffisante et il serait nécessaire de multiplier les résultats par 1.20 environ pour se rapprocher des normes du diagnostic foliaire classique.

Nous essayons de modifier légèrement le réactif d'extraction pour arriver à des résultats corrects sans augmenter le temps de contact.

VII./- EXTENSION DE LA METHODE AU DOSAGE DE L'AZOTE -

Ce dosage ne présente pas beaucoup d'intérêt dans la pratique courante, les carences étant nettement visibles à l'oeil.

On peut cependant utiliser la colorimétrie avec le phénate de sodium, l'hypochlorite de sodium et le nitroprussiate de potassium.

Les résultats sont quelquefois assez dispersés en raison de la sensibilité de la méthode, mais cette colorimétrie est très supérieure à celle du Nessler assez capricieuse.

- R E S U M E -

Une méthode simple d'extraction du potassium dans les feuilles de canne est présentée pour permettre un contrôle rapide des teneurs en potassium pour la rectification des fumures en cours de végétation, ou pour autoriser un grand nombre d'analyses de prospection.

Une extension de cette méthode au phosphore et à l'azote est à l'étude.