

pH ET TENEUR EN POTASSIUM DE DEUX SOLS

But du TP : On veut étudier les caractéristiques chimiques des sols. On se propose de déterminer le pH et la teneur en potassium pour deux sols différents A et B.

1. Détermination du pH

On veut mesurer le pH d'une suspension de sol dans l'eau distillée et dans une solution aqueuse molaire de KCl.

Les échantillons de sol sont disposés dans une étuve afin de ne pas absorber l'humidité de l'air ambiant.

On pèse environ exactement 10,0g de sol A et B. Chaque pesée est versée dans un bécher, on ajoute 50 ml d'eau pure. Puis on refait deux pesées, chacune est versée dans un bécher puis on ajoute 50 ml de KCl (1 mol/L). On agite les solutions pendant 2 heures. Ensuite, on prépare le pH-mètre : le calibrage se fait avec une solution tampon à pH=7 et une à pH=4. Ceci permet d'étalonner le pH-mètre. On fait les mesures.

Solution	pH
A + H ₂ O	6,77
A + KCl	6,57
B + H ₂ O	7,70
B + KCl	7,53

La mesure du pH d'une suspension de sol dans l'eau rend compte de la concentration en ions H⁺ à l'état dissocié dans le liquide surnageant. Ces ions sont en équilibre avec ceux présents à l'état non dissociés, fixés sur certains composants solides du sol tels que les minéraux argileux, la matière organique et certains composés dans lesquels l'aluminium est associé à des molécules d'eau et à des OH⁻. Ces composés solides, par leur aptitude à fixer des ions H⁺ ou OH⁻, tempèrent les variations de pH du sol.

Le pH eau (sous-entendu, le pH de la suspension de sol dans l'eau) ne rend pas compte de la totalité des ions acides (H⁺ ou ions alumineux) fixés sur la capacité d'échange du complexe argilo-humique. Ces ions acides fixés, constituent l'acidité potentielle effective, ou l'acidité d'échange au pH du sol, peuvent être déplacés par échange avec un ion tel que K⁺ de KCl.

Donc, après cet échange on observe un $\text{pH KCl} < \text{pH eau}$. La différence de pH entre les deux méthodes varie de 0,5 à 1,5 unité de pH.

2. Détermination de la teneur en ions potassium

2.1. Principe du photomètre d'émission de flamme

Le photomètre de flamme est principalement utilisé pour le dosage du sodium, du potassium, du lithium et du calcium. En raison de la facilité et de la rapidité de son utilisation ainsi que du peu d'interférences, cette méthode est largement utilisée pour ces éléments qui sont difficiles à doser autrement. Lorsque le cation préalablement nébulisé arrive dans la flamme, il est alors excité, il se désexcite alors en émettant des photons, c'est-à-dire une émission lumineuse. Cette intensité émise est proportionnelle à la concentration du composé. La mise au point d'un dosage par émission de flamme exige un étalonnage avec une gamme de standards.

2.2. Mode opératoire et Résultats

On veut ici déterminer la teneur en ions potassium dans les 2 sols prélevés. Pour cela, il faut extraire les ions K^+ du sol. Cette étape est réalisée par percolation. On pèse environ exactement 5,000 g de chaque sol. On place un petit morceau de coton dans deux allonges, puis on ajoute dans chacune l'échantillon. On ajoute du NH_4Cl afin d'extraire les ions K^+ . On laisse percoler, on récupère la solution que l'on reverse dans l'allonge, on récupère. Cette opération est répétée 4 fois. La solution finale est filtrée puis est récupérée dans une fiole jaugée de 100 ml, on ajuste avec de l'eau pure.

On calibre le photomètre en passant une solution d'eau pure. On prépare alors une gamme d'étalonnage de solution de K^+ que l'on présentera au photomètre de flamme. La solution de concentration en K^+ égale à 10 mg/L permet de régler la sensibilité à une valeur supérieure à 500. On présente aussi les solutions finales A et B des sols. On note que la solution B a du être diluée par 20 pour obtenir un résultat de 468.

Solution	Concentration en KCl en mg/L	Emission	Incertitude $\Delta C/C$	Incertitude ΔC en mg/L
1	10	516	4E-03	4,E-02
2	8	416	3E-02	2,E-01
3	6	325	2E-02	1,E-01
4	4	214	3E-02	1,E-01
5	2	108	2E-02	4,E-02
A		207		
B		468		

On calcule les incertitudes sur les concentrations des solutions servant à l'étalonnage. Pour cela :

$$\Delta C/C = \Delta V/V + \Delta n/n$$

On néglige ici l'incertitude sur n. Puis $\Delta V/V$ dépend du matériel utilisé pour la préparation de la gamme. Les incertitudes sur les volumes s'ajoutent selon le matériel utilisé.

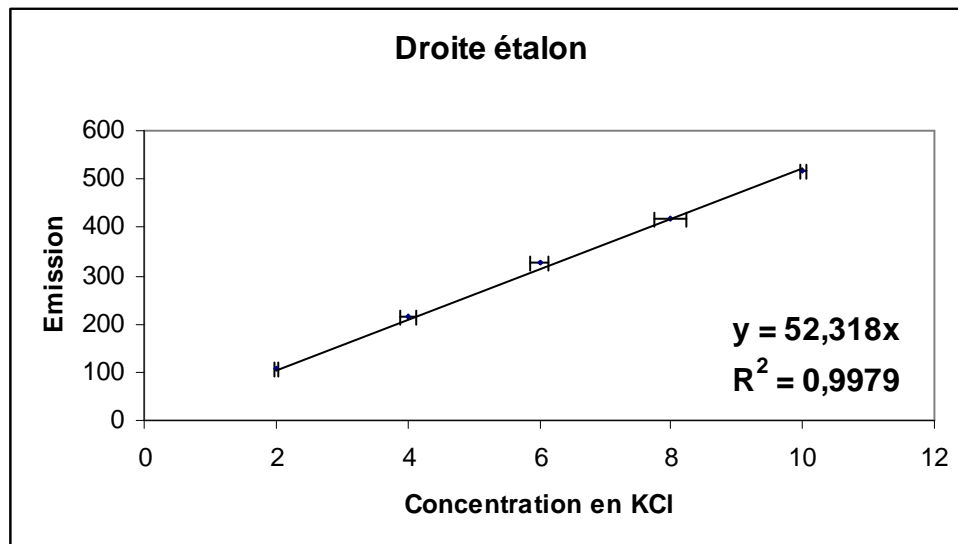
Par exemple pour la solution de concentration 10mg/L, on utilise 1 fois la pipette à 10ml pour prélever la solution mère de KCl, puis on verse dans une fiole de 1L. Donc d'après le tableau qui suit, $\Delta C/C = 0.04/10 + 0.2/1000 = \mathbf{0.0042}$

Puis, $\Delta C/C * C = \Delta C$.

On trace la droite d'étalonnage avec les barres d'incertitude. On peut ainsi observer la précision de la manipulation pour effectuer la dilution. Plus les barres sont grandes, moins la précision est bonne.

pipettes	(ΔV) en ml
10 ml	0,02
5 ml	0,02
2 ml	0,01
1 ml	0,01
fioles	
1000 ml	0,2
50 ml	0,06
10 ml	0,04

On trace la droite d'étalonnage permettant de calculer les concentrations celles-ci étant proportionnelles à l'émission.



L'équation de la droite est donc $y = 52,318x$. A partir de cette équation, on peut calculer les concentration en ions K^+ dans chaque solution A et B et ensuite déterminer la teneur en K^+ dans les sols A et B.

	Sol A	Sol B
Masse de l'échantillon en g	5,0033	5,0015
Volume de la solution à doser en ml	100	100
Emission	207	468
Concentration en K^+ dosée (mg/L)	3,9566	8,95
Concentration en K^+ dans la solution mère (mg/L)	3,9566	178,91
Quantité de K^+ dans la fiole (cmol ⁺)	$1,012 * 10^{-3}$	$4,576 * 10^{-2}$
Teneur en K^+ en cmol/kg	0,202	9,148

On justifie ces résultats par l'exemple suivant pour le sol A :

On trouve 3,96 mg dans 1000 ml de solution, soit 0,396 mg dans 100 ml (dans la fiole). Cette masse correspond à la masse d'ion potassium dans les 5,0033 g de sol A.

On convertit cette masse en centimoles.

$$n = m/M(K^+) = 0,396 * 10^{-3} / 39,1 = 1,012 * 10^{-5} \text{ mol} = 1,012 * 10^{-3} \text{ centimoles.}$$

Enfin, on détermine la teneur en cmol/ kg,

$$t = (n*1000)/ (\text{masse de sol}) = 1,012*10^{-3} * 1000 / 5,0033 = \mathbf{0,202 \text{ cmol/kg.}}$$

On procède de la même manière pour le sol B, en appliquant en plus le coefficient de dilution.

2.3. Incertitudes sur les résultats et discussion

Tout d'abord, il est important de noter que pour toute analyse quantitative de composé provenant d'un sol, la phase d'extraction joue un rôle essentiel. En effet, ici on utilise des allonges à percolation pour extraire les ions potassium du sol. Il est certain que cette méthode d'extraction ne produira pas un rendement de 100%. Des ions potassium sont perdus lors de cette étape. Il faudrait utiliser cette méthode à partir d'un sol où la quantité d'ion potassium est connue ; on pourrait alors déterminer ce rendement d'extraction. On ne peut donc pas prendre en compte cette incertitude.

La méthode de quantification par le photomètre induit aussi des erreurs. On procède par étalonnage, cependant comme on l'a vu, les solutions possèdent une incertitude sur leur concentration.

D'autre part, la lecture de l'émission induit une erreur estimée à plus ou moins 3 unités d'absorption. Enfin, la droite étalon possède une incertitude.

On va déterminer l'incertitude des résultats à partir de cette incertitude sur la droite.

Emission mesurée	Sol A		Sol B	
	207		468	
Incertitude sur la pente $\Delta a = 0,4939$	$a + \Delta a$ = 52,812	$a - \Delta a$ = 51,824	$a + \Delta a$ = 52,812	$a - \Delta a$ = 51,824
Concentration correspondante en K^+ (mg/L)	3,920	3,994	8,862	9,031
Concentration correspondante en K^+ dans la solution mère (mg/L)	3,920	3,994	177,2	180,6
Quantité de K^+ correspondante (cmol ⁺)	$1,002 * 10^{-3}$	$1,021 * 10^{-3}$	$4,533 * 10^{-2}$	$4,619 * 10^{-2}$
Teneur correspondante en K^+ en cmol/kg	0,200	0,204	9,063	9,236
Δ Teneur	0,004		0,173	
Résultat : Teneur en K^+ en cmol/kg	$0,202 \pm 0,002$		$9,148 \pm 0,086$	

On peut constater que les teneurs des 2 sols ne sont pas du tout du même ordre. On déduit que la teneur en potassium d'un sol peut varier énormément selon sa provenance, selon son environnement. On peut d'ailleurs remarquer que ces différences de concentration posent quelques problèmes pour le photomètre d'émission puisque les solutions dosées doivent

appartenir à la gamme d'étalonnage. Ici, ce n'était pas possible sans diluer la solution provenant du sol B.

CONCLUSION

Durant cette séance, nous avons pu voir quelques applications qui introduisent à la notion de pollution des sols.

Grâce à ce TP, nous avons pu mettre en oeuvre une méthode complète de détermination de teneur en métal d'un sol, ainsi que la méthode de mesure de pH d'un sol. Ces données jouent un rôle essentiel sur le comportement des végétaux des sols et peuvent aussi donner des indications sur les pollutions d'eaux souterraines.

Nous avons vu une méthode d'extraction (utilisation d'une allonge de percolation) puis une méthode de quantification. On a pu utiliser un photomètre d'émission de flamme qui est d'ailleurs largement utilisé pour doser des métaux.