



Dosage du carbone organique par combustion sèche après
décarbonatation automatisée des sols

Giovanni CARIA
Institut National de la Recherche
Agronomique
Laboratoire d'analyses des sols
Arras

Voie humide ou oxydation sulfochromique

- Oxydation du C organique par :
 - Pesée variable en fonction de l'apparence du sol
 - Bichromate de potassium en excès
 - Milieu sulfurique à 135°C
 - Chrome VI (orange) à Chrome III (vert)
$$2(\text{Cr}_2\text{O}_7^-) + 3\text{C}^\circ + 16\text{H}^+ \longrightarrow 4(\text{Cr}^{3+}) + 3\text{CO}_2 + 8\text{H}_2\text{O}$$
- Dosage au spectrophotomètre :
 - Étalonnage à l'aide du glucose ($\text{C}_6\text{H}_{12}\text{O}_6$)
 - Longueur d'onde de 585 nm

Voie humide ou oxydation sulfochromique

- Avantages :
 - s'adapte quasiment à tous types de sols
 - équipement en matériels et réactifs peu coûteux
 - analyse de nombreux sols (une centaine / jour)
 - verrerie réutilisable après son nettoyage
- Inconvénients :
 - importants risques d'hygiène et sécurité
 - risques de brûlures et de réactions allergiques
 - prise d'essai selon estimation visuelle de la nature du sol
 - grands volumes de déchets d'extraits sulfochromiques
 - nécessité d'un système d'aspiration performant
 - rejet d'acide sulfurique dans l'atmosphère (pollution)

Voie sèche ou analyse élémentaire

- Micropesées d'environ 25 mg de sol
(broyage < 250 μm)
- Combustion « éclair »
- Réduction des oxydes d'azote en N₂
- Piégeage de l'eau vapeur
- Séparation des CO₂ et N₂ par chromatographie
- Détection catharométrique



microbalance

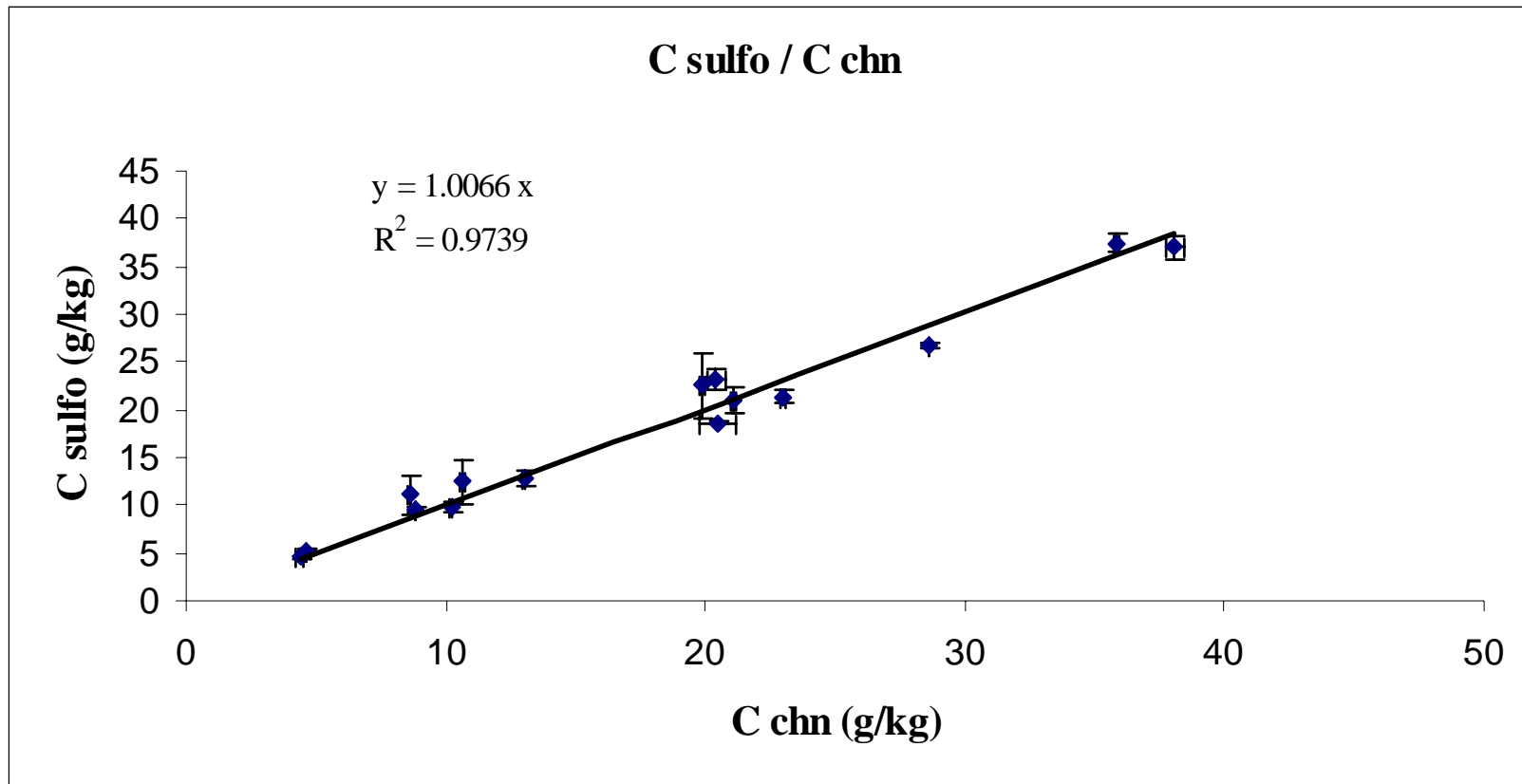


Analyseur élémentaire

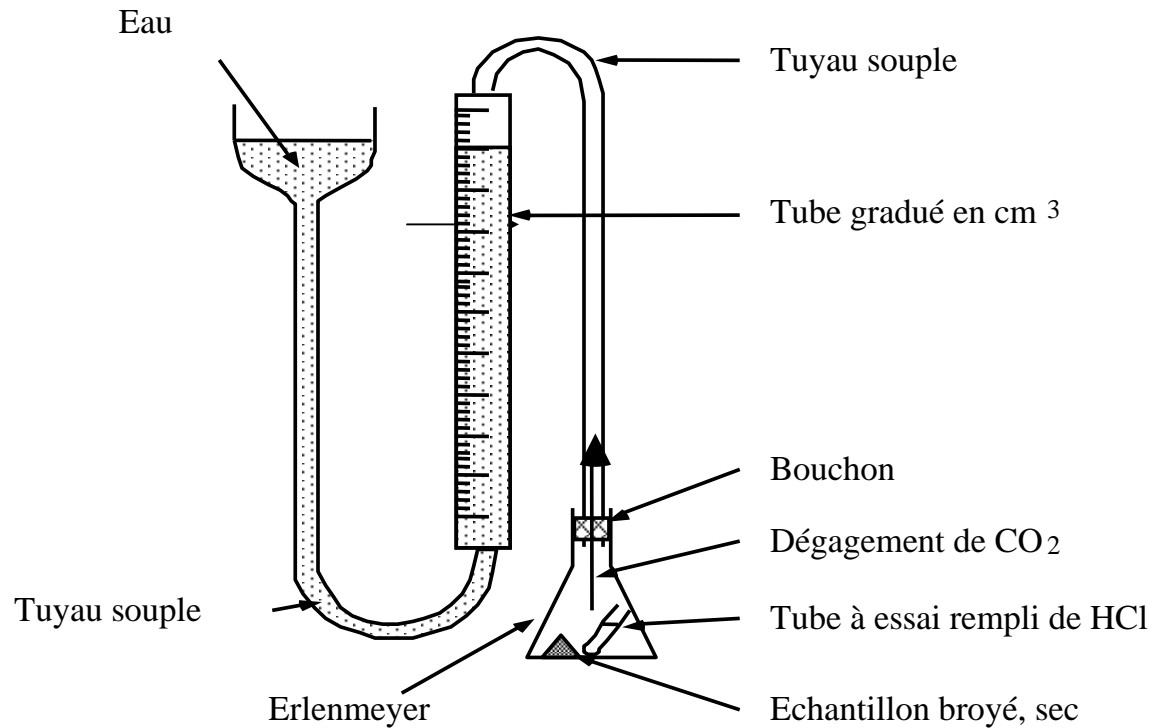
Voie sèche ou analyse élémentaire

- Avantages :
 - peu de risques d'hygiène et sécurité
 - Analyse de nombreux sols par jour (une soixantaine)
 - stockage et élimination faciles des déchets (tubes en quartz)
 - analyses rapides (5 min) et automatisées (passeur d'échantillons)
 - pilotage du système par un logiciel informatique
 - dosage simultané des éléments C total et N total
- Etude comparative :
 - Oxydation sulfochromique / Analyse élémentaire
 - Sols de collection dépourvus de carbonates
 - Echantillons analysés en double
 - Calcul des teneurs moyennes et écart-types

Comparaison C sulfo / C chn (15 sols non carbonatés)



Calcimétrie



- $\text{Ca(Mg)CO}_3 + 2 \text{HCl} \rightarrow \text{H}_2\text{O} + \text{CO}_2 + \text{Ca(Mg)Cl}_2$
- Estimation du C minéral (g/kg) : $[\text{carbonates}] * 0,12$

Détermination du carbone organique

- Calcul de la teneur en Carbone organique :
$$\text{C organique (g/kg)} = \text{C total} - \text{C minéral}$$
- Inconvénients :
 - Non adaptée aux faibles quantités de sols
 - Mal adaptée pour les sols fortement carbonatés et pauvres en matières organiques

Décarbonatation

- Nacelles d'argent
- Distribution de HCl
- Dépôt de 50 μ l de HCl en 12 cycles de 10 mn pour éviter une émulsion trop importante
- Séchage au four (60°C durant 1 nuit)
- Dosage direct par CHN du Carbone organique

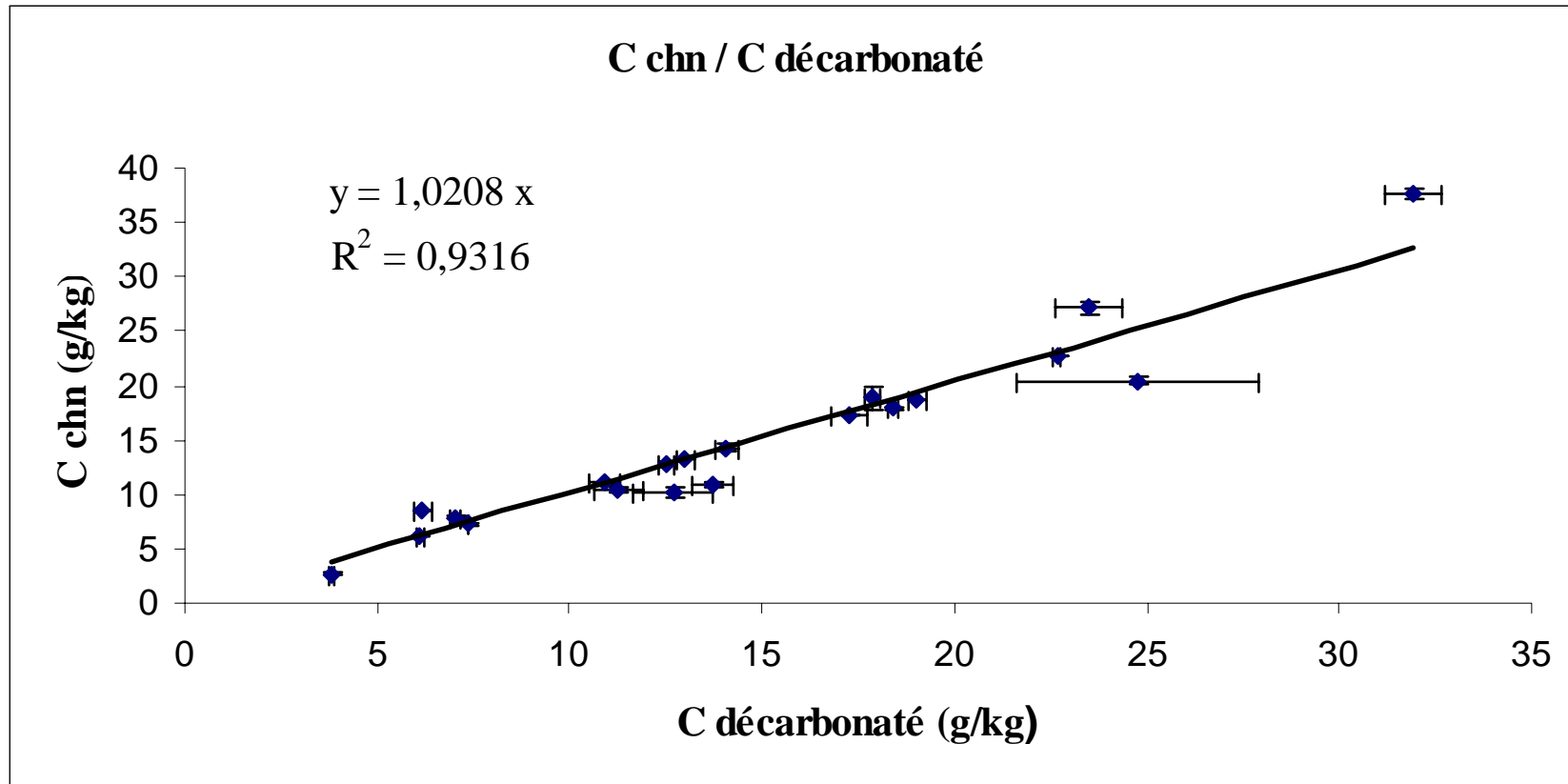


Distributeur

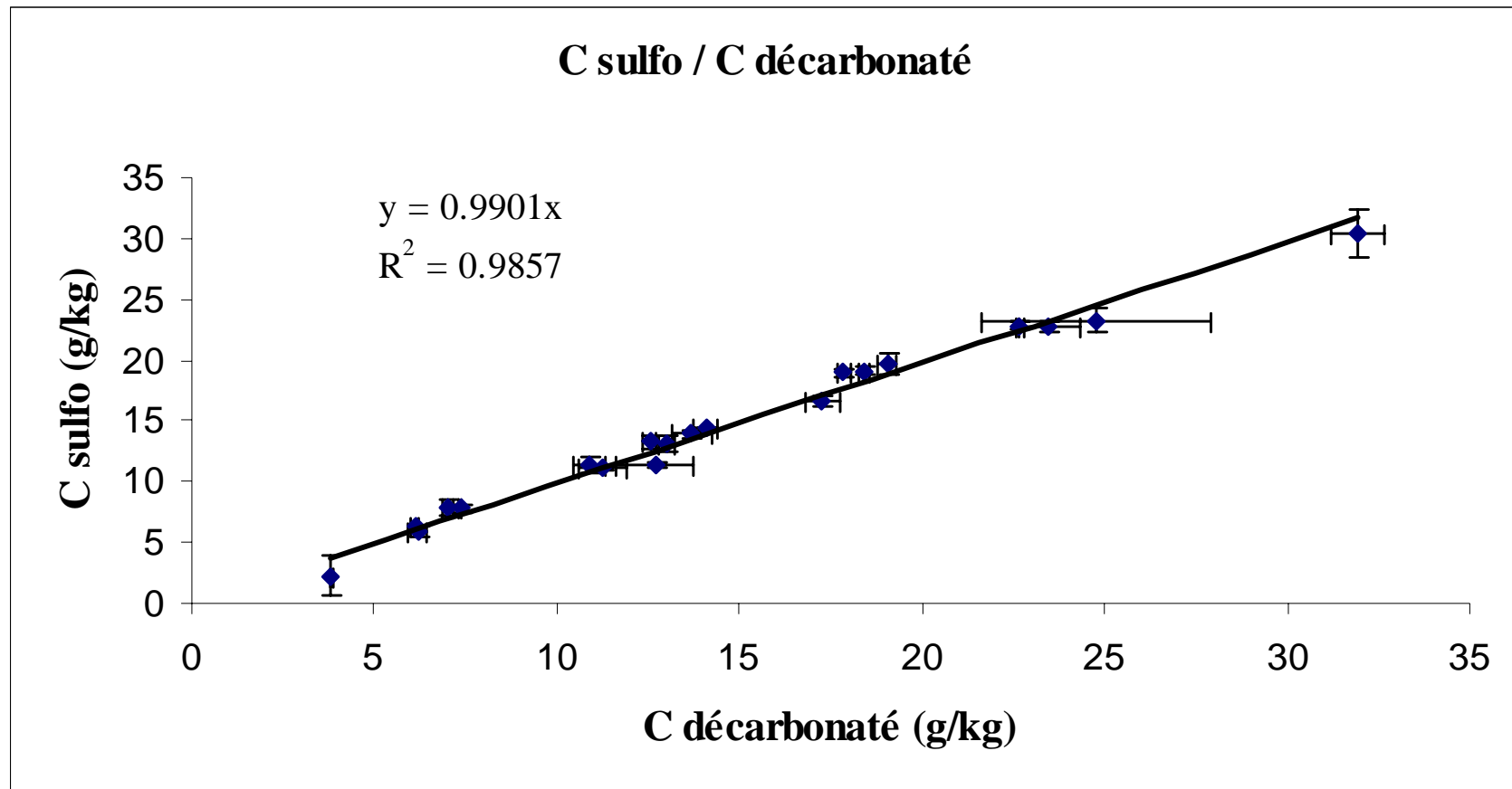
Etude comparative des méthodes

- Sols de collection basiques :
 - de nature très différente
 - de teneurs variables en carbonates (5 à 846 g/kg)
- Analyse en double des sols par :
 - oxydation sulfochromique
 - analyse élémentaire (CHN) couplée à la calcimétrie
 - CHN précédée d'une décarbonatation automatisée
- Calcul pour chaque sol et méthode :
 - teneur moyenne en Carbone organique
 - écart-type

Comparaison C chn / C décarbonaté (20 sols carbonatés)



Comparaison C sulfo / C décarbonaté (20 sols carbonatés)



Conclusion

- Phases de décarbonatation et de séchage trop longues pour le maintien de notre productivité
 - Surcoût analytique :
 - maintenance plus fréquente de l'analyseur élémentaire
 - Utilisation de capsule d'argent coûteuse
 - Pas encore de validation du dosage de l'azote total par analyse élémentaire après décarbonatation des sols
- La décarbonatation se limite aux seuls échantillons :*
- *de quantité insuffisante pour la calcimétrie*
 - *de teneur en carbonates > 700 g/kg (par convention)*