

S-III-8.1V2 – DÉTERMINATION DU CARBONE ORGANIQUE ET DU CARBONE TOTAL PAR COMBUSTION SÈCHE

1. Objet

Dosage du carbone organique et du carbone total après combustion sèche.

2. Domaine d'application

Méthode de dosage du carbone organique et du carbone total d'échantillon de sol (y compris les sédiments), les matières utilisées sur ou dans les sols et les déchets après combustion sèche. La teneur en carbone organique est déterminée à partir de cette dernière valeur après correction en raison des carbonates présents dans l'échantillon. Si ceux-ci sont éliminés préalablement, on dose directement le carbone organique.

3. Principe

L'échantillon est chauffé à une température d'au moins 900 °C dans un flux de gaz contenant de l'O₂, et exempt de gaz carbonique. Le carbone présent dans l'échantillon est alors oxydé et désorbé sous forme de CO₂. La quantité de CO₂ dégagée est mesurée par titrimétrie, gravimétrie, conductométrie, chromatographie en phase gazeuse ou grâce à une méthode de détection dans l'infrarouge. A 900 °C, les carbonates sont entièrement décomposés. Le dosage du carbone organique consiste à éliminer préalablement les carbonates en traitant l'échantillon à l'HCl ou en soustrayant la teneur de carbonates du carbone total (la teneur en carbonates devant être préalablement connues par dosage selon la procédure S-II-8).

4. Préparation de l'échantillon

Conformément à la procédure S-I-1, les échantillons sont séchés à l'air ou dans une étuve ventilée à une température inférieure à 40 °C. Ils sont alors émottés et tamisés au travers d'un tamis à mailles de 2 mm d'ouverture. Une partie de l'échantillon sera broyé pour passer, sans refus, au travers d'un tamis de 250 µm d'ouverture de mailles, conformément à la procédure S-I-1. Une partie de l'échantillon tamisé à 2 mm sera utilisé afin de déterminer la teneur en eau suivant la procédure S-I-3 et si nécessaire la teneur en carbonate selon la procédure S-II-8.

5. Appareillages et matériels utilisés

- Balance analytique : précision d'au moins 0.1 mg ou microbalance de précision d'au moins 0.01 mg ;
- Verrerie courante de laboratoire ;
- Tamis à mailles de 250 µm ;



- Appareil de dosage du carbone total, par combustion de l'échantillon à une température de minimum 900 °C comportant un détecteur pour la mesure du CO₂ formé ;
- Creusets : porcelaine, quartz, argent, étain ou nickel, de différentes tailles (l'étain et le nickel ne résistent pas à l'acide).

6. Réactifs utilisés

- Eau déminéralisée ayant une conductivité électrique spécifique ≤ 0.2 mS/m à 25 °C (eau de qualité 2 selon la norme ISO 3696);
- Substance étalon : acétanilide (C₈H₉NO), atropine (C₁₇H₂₃NO₃), carbonate de calcium (CaCO₃), poudre graphite spectrographique (C), et hydrogénophthalate de potassium (C₈H₅KO₄), EDTA (C₁₀H₁₆N₂O₈) ;
- Acide chlorhydrique 4 M : diluer 340 ml d'HCl_{conc} dans un jaugé de 1000 ml et compléter avec de l'eau.

7. Mode opératoire

7.1 Etalonnage de l'appareil : Etalonner l'appareil conformément aux recommandations du fabricant. La droite d'étalonnage est obtenue à partir de l'une des substances étalons décrites au point 6.

7.2 Dosage du carbone total :

- Peser m₁ g de l'échantillon séché à l'air et le placer dans le creuset (la masse dépendra de la teneur en carbone total prévue et de l'appareil utilisé) ;
- Procéder aux analyses selon le manuel du fabricant de l'appareil.

7.3 Dosage du carbone organique :

- Peser m₁ g de l'échantillon séché à l'air et le placer dans le creuset (la masse dépendra de la teneur en carbone total prévue et de l'appareil utilisé) ;
- Ajouter un excès d'HCl 4 M et mélanger (supposer que la quantité d'échantillon à analyser contient 100 % de carbonates) ;
- Attendre 4 heures et sécher le creuset durant 16 heures à une température de 60 °C à 70 °C ;
- Procéder aux analyses selon le manuel du fabricant de l'appareil.

8. Calcul

8.1 Teneur en carbone total :

$$w_{C,t} = 1000 * \left(\frac{m_2}{m_1} \right) * 0,2727 * \frac{100 + w_{H_2O}}{100}$$

avec $w_{C,t}$ est la teneur (g/kg) en carbone total rapportée à l'échantillon séché en étuve ;
 m_1 est la masse (g) de la prise d'essai ;
 m_2 est la masse (g) du gaz carbonique produit par l'échantillon ;
0,2727 est le facteur de conversion du CO_2 en C ;
 w_{H_2O} est la teneur en eau, exprimée en pourcentage en masse de masse sèche.

8.2 Teneur en carbone organique :

8.2.1 Détermination indirecte :

$$w_{C,o} = w_{C,t} - 0,12 * w_{CaCO_3}$$

avec $w_{C,o}$ est la teneur (g/kg) en carbone organique rapportée à l'échantillon séché en étuve ;
 $w_{C,t}$ est la teneur (g/kg) en carbone total rapportée à l'échantillon séché en étuve ;
0,12 est le facteur de conversion ;
 w_{CaCO_3} est la teneur (g/kg) en carbonate de l'échantillon, exprimée en quantité équivalente de carbonate de calcium, sur la base d'un échantillon séché à l'étuve.

8.2.2 Détermination directe :

en suivant la méthode 8.3, on détermine la teneur en carbone organique selon l'équation 9.1

8.3 Teneur en matière organique :

$$w_{om} = f * w_{C,o}$$

avec w_{om} est la teneur (g/kg) en matière organique de l'échantillon sur la base d'un échantillon séché en étuve ;
 $w_{C,o}$ est la teneur (g/kg) en carbone organique de l'échantillon sur la base d'un échantillon séché en étuve ;
f est un facteur de conversion (dépend du type de matière organique et peut varier d'un échantillon à l'autre (pour les sols agricoles, il peut varier entre 1,7 et 2,0).

9. Interférences

Selon la méthode de détection employée, des réactifs chimiques et/ou des catalyseurs peuvent être nécessaires pour la réduction, l'oxydation, l'élimination et/ou la fixation des gaz de combustion qui perturbent l'analyse.

10. Rapport d'essai

Le rapport doit contenir au minimum :

- Une référence à la présente méthode de la Région wallonne ;
- L'identification complète de l'échantillon ;
- Les valeurs de dosage du carbone total et/ou du carbone organique (g/kg), déterminées sur la base d'un échantillon séché en étuve. Lorsque le carbone organique est déterminé, il y a lieu de mentionner si l'on a déterminé la teneur en carbonates ou si ces derniers ont été éliminés avant dosage ;
- Le facteur de conversion f utilisé ;
- Les détails opératoires non prévus dans la norme, ainsi que tout facteur ayant pu affecter les résultats.

11. Référence

ISO 10694:1995 – Qualité du sol – Dosage du carbone organique et du carbone total après combustion sèche (analyse élémentaire).

ISO 3696 :1995 – Eau pour laboratoire à usage analytique – Spécification et méthodes d'essai