

S-III-8.2V3 – DÉTERMINATION DU CARBONE ORGANIQUE PAR OXYDATION SULFOCHROMIQUE

1. Objet

Dosage du carbone organique par oxydation sulfochromique.

2. Domaine d'application

La présente méthode décrit la détermination par spectrométrie de la teneur en carbone organique, après oxydation dans un milieu sulfochromique. La présente méthode est applicable à tous les types d'échantillons de sol (y compris les sédiments), de matières utilisées sur ou dans les sols et de déchets séchés à l'air.

La présente méthode n'est pas applicable aux échantillons contenant des composés minéraux réducteurs, tels que Cl^- ou Fe^{2+} . Par convention, la teneur en chlorure dans la prise d'essai ne doit pas être supérieure à 2 mg.

3. Principe

Le carbone organique présent dans l'échantillon est oxydé dans un mélange d'une solution de bichromate de potassium (en excès) et d'acide sulfurique à une température contrôlée de 135 °C. Les ions bichromates, qui colorent la solution en rouge, sont réduits en ions Cr^{3+} qui colorent la solution en vert. L'intensité de ce vert est mesurée par spectrophotométrie. Partant de l'hypothèse que l'oxydation d'un atome de carbone de matière organique produit quatre électrons, il existe une relation entre le Cr^{3+} formé et la quantité de carbone organique. La méthode est calibrée en utilisant le glucose comme source de carbone oxydable.

NOTE : Une quantité de 2 mg de chlorure présente dans l'échantillon pour essai correspond à une teneur apparente de carbone d'environ 0.7 mg

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 de 2 mm d'ouverture de mailles. Une partie de l'échantillon est broyé pour passer, sans refus, au travers d'un tamis à 250 μm d'ouverture de mailles. Une partie de l'échantillon à 2 mm sera utilisé afin de déterminer la teneur en eau suivant la procédure S-I-3.

5. Appareillages et matériels utilisés

Verrerie courante de laboratoire ;

- Balance analytique, permettent de peser avec une précision de 0.1 mg ;
- Ballons à col rodé, d'une capacité de 250 ml ou 100 ml, surmonté d'un réfrigérant ; Tubes de verre adaptés au bloc chauffant
- Manteaux chauffant : permettant de porter à ébullition le milieu d'oxydation ; Blocs chauffants à alvéoles permettant de maintenir une température uniforme de (135 ± 2) °C
- Tamis à mailles de 250 μm ;
- Filtres en fibre de verre ;
- Fiole jaugée à col rodé de 100 ml munie de bouchons ;
- Spectrocolorimètre, équipé d'une cuve de 10 mm et réglé à une longueur d'onde de 585 nm ;
- Bain d'eau ;
- Centrifugeuse.

6. Réactifs utilisés

Utiliser exclusivement des réactifs de qualité analytique reconnue.

- 6.1 Eau : type eau Milli-Q, eau de qualité 2 conformément à l'ISO 3696 ;
- 6.2 Acide sulfurique, H_2SO_4 concentré ($\rho = 1.84 \text{ g/cm}^3$) ;
- 6.3 Solution de bichromate de potassium, $c(\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7) = 0.27 \text{ mol/l}$:
Dissoudre 80 g de bichromate de potassium, $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$, dans environ 800 ml d'eau dans une fiole jaugée de 1000 ml, et compléter avec de l'eau (7.1) jusqu'au trait.
- 6.4 Glucose, anhydre, $\text{C}_6\text{H}_{12}\text{O}_6$.

7. Echantillon pour essai

Utiliser la fraction de particules $< 2 \text{ mm}$ des échantillons séchés à l'air et prétraités conformément à la procédure S-I-1. Utiliser une partie de l'échantillon pour déterminer la teneur en eau, conformément à la procédure S-I-3. Pour la détermination du carbone, broyer un sous-échantillon représentatif de l'échantillon pour essai, jusqu'à ce qu'il passe dans un tamis à mailles de 250 μm .

8. Mode opératoire

- 8.1 Généralités :** L'efficacité de l'oxydation dépend de la masse de la prise d'essai et de sa teneur en carbone, même s'il reste un excès de bichromate de potassium. L'expérience a montré que, dans les conditions décrites dans la présente méthode, la masse de carbone dans la prise d'essai ne doit pas excéder 20 mg. La masse de la prise d'essai utilisée doit être conforme au tableau 1.

Tableau 1 – Masse de la prise d'essai en fonction de la teneur estimée en carbone

Teneur estimée en carbone g/Kg	10	20	30	40	50	100	200
Masse de la prise d'essai en g	2.000	1.000	0.650	0.500	0.400	0.200	0.100

8.2 Oxydation :

- Transférer la prise d'essai dans un ballon de 250 ml ou 100 ml ou tube de 75 ml. A l'aide d'une pipette, ajouter d'abord 5 ml de la solution de bichromate, puis 7,5 ml d'acide sulfurique. Homogénéiser soigneusement ;
 - Porter à ébullition en moins de 3 minutes. En comptant le temps à partir de la première goutte de condensat qui tombe du réfrigérant, régler le chauffage de manière à maintenir une ébullition franche et douce pendant 5 minutes exactement. Retirer les échantillons et les refroidir rapidement à température ambiante en utilisant un bain d'eau. Transvaser quantitativement le contenu de chaque ballon dans un jaugé de 100 ml en filtrant sur filtre en fibre de verre et ajouter lentement 60 ml d'eau dans chaque jaugé en refroidissant à nouveau rapidement dans le bain d'eau jusqu'à un température de 20 ± 1 °C ;
 - OU : placer les tubes dans le bloc chauffant, préchauffé à une température de $135^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ pendant 30 minutes, puis les retirer et les refroidir à température ambiante en utilisant un bain d'eau. Ajouter lentement 50 ml d'eau dans chaque tube et refroidir rapidement dans le bain d'eau. Transférer quantitativement le contenu du tube dans la fiole jaugée de 100 ml.
- Ajuster au trait avec de l'eau (6.1) et bien mélanger ;
- Laisser reposer la suspension pendant 1 heure.
- Transvaser une partie du surnageant dans des tubes à centrifuger et centrifuger pendant 10 minutes à 2000 g. S'il reste des particules solides dans la solution après centrifugation, filtrer le surnageant.

Si la solution d'attaque est « vert franc », recommencer avec une prise d'essai plus faible.

8.3 Préparation des solutions étalons :

- Préparer une gamme de solutions étalons conformément au tableau 2 en dissolvant la masse indiquée de glucose dans la solution de bichromate, dans une série de fioles jaugées de 100 ml, et mélanger jusqu'à dissolution complète ;
- Prélever 5 ml des solutions 1 à 5, les introduire dans un tube en verre (ou éventuellement un ballon) de 250 ml ou 100 ml, ajouter 7,5 ml d'acide sulfurique et poursuivre les étapes de digestion. Il convient que la solution résultante soit complètement claire et ne nécessite pas de filtration. Dans le cas contraire la digestion n'a pas été correcte et doit être refaite.

Tableau 2 – Solutions étalons de glucose dans une solution de bichromate

Numéro	Masse de glucose g	Teneur en carbone dans 5 ml de solution mg
1	0.00	
2	0.25	5
3	0.50	10
4	0.75	15
5	1.00	20

8.4 Mesure :

- A l'aide d'un spectrophotomètre, mesurer l'absorbance des solutions à 585 nm, dans l'ordre suivant : solutions étalons, blanc et échantillons. S'assurer de l'absence de contamination croisée entre les différents échantillons mesurés ;
- Tracer la courbe d'étalonnage et déterminer la masse de carbone organique présente dans le blanc et dans les échantillons.

9 Calcul

Le calcul de la teneur en carbone organique sur la base d'un échantillon sec se fait à l'aide de l'équation suivante :

$$W_{oc} = \frac{a}{M} * \frac{(100 + w)}{100}$$

- où
- W_{oc} est la teneur en carbone organique, sur la base d'un échantillon sec, en g/kg
 - a est la masse de carbone organique dans la prise d'essai, en mg
 - M est la masse de l'échantillon pour essai, en g
 - w est la teneur en eau de l'échantillon pour essai (sec à l'air), en % (fraction massique)

La teneur en matière organique de l'échantillon peut se calculer à partir de la teneur en carbone organique à l'aide de la formule :

$$W_{om} = f * W_{oc}$$

- où W_{om} est la teneur en matière organique, sur la base d'un échantillon séché en étuve, en g/kg
 W_{oc} est la teneur en carbone organique, sur la base d'un échantillon séché en étuve, en g/kg
f est un facteur de conversion dont l'importance dépend du type de matière organique présente et peut varier de 1,7 à 2,5 pour les sols agricoles

10 Avertissement

L'ajout d'eau dans une solution d'acide sulfurique peut être dangereux, comme l'est l'utilisation de solutions de bichromate. Des protections adéquates, par exemple gants de protection, masque ou lunettes de sécurité et blouse de laboratoire sont indispensables.

11 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 ;
- Le facteur de conversion f utilisé ;
- Les détails opératoires non prévus dans la norme, ainsi que tout facteur ayant pu affecter les résultats.

12 Référence

ISO 14235:1998 – Qualité du sol – Dosage du carbone organique par oxydation sulfochromique

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