

Dosage du carbone contenu dans les extraits

Version 1.2 (2020)

Code	B-OC-E		Secteurs d'utilisation possibles
Secteur d'utilisation	Conseil de fumure	Grandes cultures et herbages	
		Légumes (en pleine terre et sous serre)	
		Viticulture, Arboriculture, Culture de baies, Plantes aromatiques et médicinales	
	Caractérisation du site		x
	Appréciation des polluants		
	Analyse de fertilisants	Engrais de recyclage	Compost
			Digestat solide
			Digestat liquide
			Boue d'épuration
		Engrais de ferme	Fumier
			lisier
		Engrais minéraux	
		Charbon végétal	
	Recherche		
Méthodes correspondantes	Prélèvement de l'échantillon		B-M-PN
	Préparation de l'échantillon		B-PAL
	extraction		B-CN-Ex
	mesure		B-OC-E

Domaine de concentration	
Résultat	
Remarques sur méthodes équivalentes	
Sécurité / environnement	



1. Principe

Le carbone organique est digéré par l'action de l'acide sulfurique concentré puis oxydé en dioxyde de carbone en présence d'une solution de bichromate de potassium. L'argent sert de catalyseur. Pour déterminer la diminution de la concentration de la solution orangée de bichromate de potassium dans un domaine de mesures allant de 10 à 60 mg C on utilise la photométrie (440 nm). Le calibrage se fait avec une solution de glucose.

2. Exécution

Appareils et ustensiles:

- (A) Béchers de 50 ml
- (B) Fioles jaugées de différentes capacités
- (C) Pipette automatique réglable de 100 - 1000 μ l
- (D) Pipette automatique réglable de 2000 μ l
- (E) Pipette graduée de 25 ml
- (F) Pipette automatique fixe de 2000 μ l
- (G) Eprouvettes résistantes à la chaleur et à l'acide, munies de bouchons à vis en téflon, (volume 8 ml, grandeur: 12 x 100 mm)
- (H) Bain à ultrasons
- (I) Etuve (température constante réglable)
- (J) Balance (graduation jusqu'à 1000 g, division en 0.01 g)
- (K) Balance analytique (division en 0,1 mg)

Réactifs

- (1) Glucose anhydre ($C_6H_{12}O_6$, $M = 180.16$ g/mol) (séché)
- (2) Eau extra-pure (H_2O , conductibilité < 0.06 μ S/cm)
- (3) Acide sulfurique concentré (H_2SO_4 , $M = 98.08$ g/mol, $d = 1.84$, 95 - 97 %)
- (4) Solution de sulfate d'argent mélangé à du bichromate de potassium:
Dissoudre 2,5 g de sulfate d'argent (Ag_2SO_4 , $M = 311.8$ g/mol) dans 250 ml de H_2SO_4 conc. (3).
Dissoudre, dans une fiole jaugée de 50 ml, 600 mg de bichromate de potassium anhydre ($K_2Cr_2O_7$, $M = 294.18$ g/mol) dans de l'eau. Ajouter de l'eau (2) jusqu'à l'obtention de 50 ml de solution et achever de dissoudre la solution dans un bain à ultrasons.
Ajouter dans une fiole de 250 ml à l'aide d'une pipette graduée (E) 25 ml de solution $K_2Cr_2O_7$, puis ajouter H_2SO_4 conc. mélangé avec Ag_2SO_4 jusqu'à l'obtention de 250 ml de solution.
L'ajustage précis de la solution $K_2Cr_2O_7$ -/ H_2SO_4 conc.-/ Ag_2SO_4 doit se dérouler à froid.
Avant l'emploi, bien agiter le réactif visqueux.
- (5) Solution de sulfate de potassium 0.5 M:
Dissoudre, dans une fiole jaugée de 1 l, 87.14 g de sulfate de potassium crist. extra-pur (K_2SO_4 , $M = 174.27$ g/mol) dans de l' H_2O (2).

Mode opératoire

- a) Préparer les extraits
 - Un jour avant l'analyse, sortir les extraits (méthode B-BM-FE) du congélateur et laisser décongeler une nuit au réfrigérateur. Recongeler l'extrait tout de suite après l'analyse.
 - Après décongélation, agiter soigneusement les extraits puis laisser sédimenter le dépôt de $CaSO_4$ au moins une demi-heure avant l'analyse.
- b) Préparer la gamme d'étalonnage

- Préparer 6 solutions de C pour la gamme d'étalonnage (0/25/50/75/100/125/150 mg de glucose/l = 0/10/20/30/40/50/60 mg C/l).
- Solution mère: introduire, dans une fiole jaugée de 100 ml, 1250 mg de glucose préalablement séché puis ajouter de l'eau extra-pure (2) jusqu'à l'obtention de 100 ml. Dissoudre dans un bain à ultrasons (H) et bien agiter.
- Gamme d'étalonnage: introduire, dans une fiole jaugée de 100 ml, les quantités suivantes de la solution mère et remplir d'eau extra-pure jusqu'à la marque:

	μ l Solution mère	Concentration finale mg glucose/l	mg C/l
1200	150	60	
1000	125	50	
800	100	40	
600	75	30	
400	50	20	
200	25	10	
0	0	0	

Conserver la gamme d'étalonnage de glucose durant 1 jour au maximum au réfrigérateur. Préparer une courbe d'étalonnage de glucose pour chaque série d'échantillons.

c) Oxydation du carbone

- Ajouter au moyen d'une pipette automatique fixe (F) 2 ml de solution de sulfate d'argent mélangé à du bichromate de potassium (4) (nettoyer 2 ou 3 fois les gouttes qui s'écoulent à l'extérieur). A l'aide d'une pipette automatique réglable (D), ajouter 2 ml d'extrait dans une éprouvette (G). Eviter un contact du réactif avec le filetage (les filets du bouchon ne sont pas résistants à l'acide). Bien fermer l'éprouvette, agiter et maintenir l'extérieur propre.
- Placer les éprouvettes dans une étuve pendant 3 heures à 150 ± 5 °C. La température de réaction doit être exacte.

d) Photométrie

- Bien agiter les échantillons qui auront été préalablement refroidis pendant quelque 45 minutes puis mesurer sans interruption par photométrie (440 nm). Le réglage du 0 se fait avec de l'eau extra-pure (2).
- Une solution standard de glucose doit être mesurée avant et après les mesures des extraits.

e) Dilution

Diluer les extraits dont la teneur en carbone dépasse 60 mg C/l avec de la solution de sulfate de potassium 0.5 M (5). Les échantillons peuvent être conservés dans le réfrigérateur (jusqu'à ce qu'on aura établi la nécessité de procéder à une dilution).

3. Calcul

mg C/l dans la solution de mesure, établi sur la base de la gamme d'étalonnage

mg C/l dans l'extrait = mg C/l dans la solution de mesure * facteur de dilution

4. Résultat

La teneur en carbone dans l'extrait est exprimée en mg C/l. Degré de précision: 1 décimale.

5. Remarques

- Rincer les ustensiles en verre avec de l'eau extra-pure afin d'en éliminer les impuretés puis les conserver à l'abri de la poussière.
- Cette méthode a été développée pour l'analyse des teneurs en carbone des extraits obtenus à partir de la méthode FEM (B-BM-FE). La miniaturisation de la méthode relative à l'utilisation des extraits et des réactifs permet une grande capacité d'échantillonnage.
- Calcul de la teneur en C effectué en fonction de la matière sèche de sol:

Teneur dans le sol = multiplier la teneur en C dans l'extrait par la quantité totale de liquide contenu dans l'extrait puis diviser par la teneur en matière sèche

$$\text{mg C/kg sol-TS} = a * (x + (EW * WG \%)) / (EW * TS \%)$$

où:

a = teneur en C dans l'extrait (mg C/l)

x = quantité d'extrait ajoutée (ml)

EW = poids du sol frais (g)

WG % = teneur en eau du sol frais (méthode TS) (%)

TS % = teneur en matière sèche du sol frais (méthode TS) (%)

6. Histoire

Version	Type du changement	nouveau	avant
Version 1 (1996)	établissement de la méthode		
Version 1.1 (1998)	Autorisation de la méthode		
Version 1.2 (2020)	éditorial	Publication électronique avec nouveau layout	

Impressum

Éditeur	Agroscope Reckenholzstrasse 191 8046 Zürich www.agroscope.ch/referenzmethoden
Renseignements	Diane Bürge
Copyright	© Agroscope 2020