

Élimination des carbonates pour le CHN

Digestion des carbonates avant la combustion sèche

Si le C organique doit être déterminé à partir des techniques de combustion (sèche ou humide), le C inorganique doit d'abord être éliminé des sols calcaires. Avant la combustion humide (Walkley-Black), le C inorganique est facilement éliminé par l'ajout d'acide sulfurique dilué (H₂SO₄) et de sulfate ferreux (FeSO₄). La présence de Fe réduit permet de minimiser l'oxydation de la matière organique.

L'élimination du C inorganique est plus difficile avant la combustion à sec. Les difficultés comprennent la décarboxylation de la matière organique, la décomposition incomplète de la dolomite ainsi que des argiles et les pertes de C organique dissous si l'échantillon est rincé avant l'analyse. Pour contourner ce dernier point, Harris et al. (2001) ont proposé une fumigation avec du HCl concentré. L'élimination des carbonates était quantitative. Contrairement à ce qui a été proposé par les auteurs, la fumigation doit être effectuée dans des récipients en verre car les capsules en étain et en argent se désintègrent lorsqu'elles sont exposées à la vapeur de HCl. Les changements de masse doivent être soigneusement notés ; l'évolution du CO₂ réduit la masse de l'échantillon tandis que l'adsorption de Cl (formation de rouille verte) l'augmente. Enfin, le traitement au HCl réduit d'environ 50 % le nombre d'échantillons pouvant être analysés avant que le réacteur de combustion ne soit épuisé.

Pour les sols à texture grossière, la procédure de lavage acide de Midwood et Burton (1998) peut être utilisée. Ce procédé est le plus approprié pour les sols peu argileux et à faible teneur en carbonate. Une perte de C organique dissous de l'ordre de 0,1 à 0,5% est courante.

Safety/ Protective equipment



Matériels/ Réactifs

- Tubes Falcon 50mL
- Centrifugeuse
- Agitateur Vortex
- Balance analytique
- Etuve à 105°C
- Désiccateur
- HCl 0.5M
- Eau distillée

Décomposition des carbonates du sol par lavage acide (Midwood et Burton, 1998)

1. Broyer > 5 g de terre à ~ 20 microns à l'aide d'un mortier et d'un pilon ou d'un broyeur à billes.

2. Sécher le sol broyé pendant la nuit à 105°C. Refroidir dans un dessiccateur et fermer les flacons.
3. Peser 1 g de terre dans un tube à centrifuger Falcon de 50 ml. Noter la masse du tube et la masse du sol au mg près.
4. Ajouter 30 ml de HCl 0,5 M.
5. Agiter la suspension au vortex 3 fois sur une période de 8 h.
6. Laisser décanter les échantillons pendant 16 h supplémentaires (temps de réaction total = 24 h).
7. En prenant soin de ne pas remettre en suspension les matières décantées, transférer les échantillons dans une centrifugeuse à retors libre et centrifuger à 4000 g pendant 10 min.
8. Décanter le surnageant, en prenant soin de ne pas perdre de matière du sol.
9. Ajouter de l'eau distillée jusqu'à la marque de 30 ml.
10. Agiter la suspension au vortex 3 fois sur une période de 8 h et laisser décanter l'échantillon pendant 16 h supplémentaires.
11. Centrifuger à 4000 g pendant 10 min et décanter le surnageant.
12. Répétez les étapes de lavage (9-11).
13. Séchez les échantillons à 105°C pendant au moins 24 heures. Refroidir dans un dessiccateur.
14. Peser les tubes + les échantillons au mg près. Calculer la variation de masse, qui représente la quantité de carbonates initialement présents dans l'échantillon.
15. Transférer le contenu des tubes dans un petit mortier et pilon et homogénéiser l'échantillon.
16. Préparer les gélules pour l'analyse CHN par combustion sèche.
17. Corriger les résultats de la compression à sec pour la perte de masse (le C organique doit être exprimé en % de la masse initiale).

Références

Harris D, Horwáth WR, van Kessel C (2001). Acid fumigation of soils to remove carbonates prior to total organic carbon or carbon-13 isotopic analysis. *Soil Science Society of American Journal* 65: 1853-1856.

Midwood AJ and Boutton TW (1998). Soil carbonate decomposition by acid has little effect on the $d^{13}C$ or organic matter. *Soil biology and biochemistry* 30: 1301-1307.