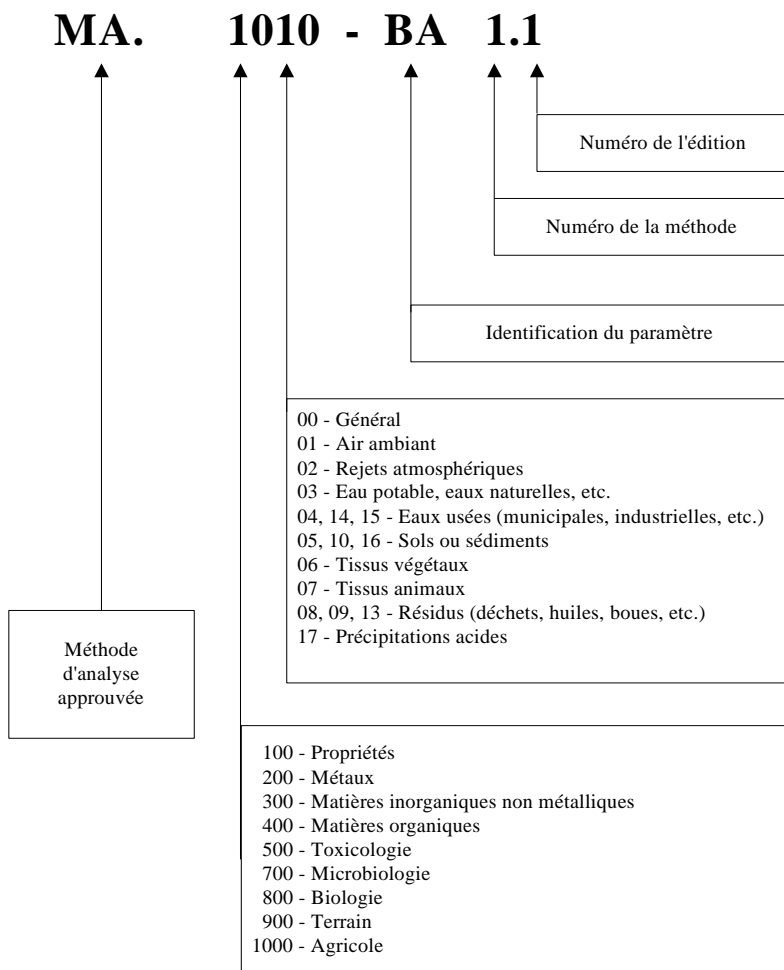


MA. 1010 – WB 1.0
Édition : 2003-03-27

Méthode d'analyse
Détermination de la matière organique par
dosage du carbone organique dans les sols
agricoles : méthode Walkley-Black modifiée

Exemple de numérotation :



Reproduction et traduction, même partielles, interdites sans l'autorisation du Centre d'expertise en analyse environnementale du Québec, ministère de l'Environnement du Québec.

Ce document doit être cité de la façon suivante :

CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC et
MINISTÈRE DE L'AGRICULTURE, DES PÊCHERIES ET DE L'ALIMENTATION DU
QUÉBEC, Détermination de la matière organique par dosage du carbone organique dans les sols
agricoles : méthode Walkley-Black modifiée, MA. 1010 – WB 1.0, Ministère de l'Environnement
du Québec, 2003, 10 p.

TABLE DES MATIÈRES

INTRODUCTION	5
1. DOMAINE D'APPLICATION	5
2. PRINCIPE ET THÉORIE	5
3. FIABILITÉ	5
3.1. Interférence	5
3.2. Limite de détection	5
3.3. Limite de quantification	6
3.4. Sensibilité	6
3.5. Fidélité	6
3.6. Justesse	6
3.7. Pourcentage de récupération	6
4. CONSERVATION DES ÉCHANTILLONS	6
5. APPAREILLAGE	6
6. RÉACTIFS ET ÉTALONS	7
7. PROTOCOLE D'ANALYSE	8
7.1. Préparation de l'échantillon	8
7.2. Dosage	8
7.3. Préparation spéciale de la verrerie	9
8. CALCUL ET EXPRESSION DES RÉSULTATS	9
9. CRITÈRES D'ACCEPTABILITÉ	10
10. BIBLIOGRAPHIE	10

INTRODUCTION

La matière organique amplifie grandement la capacité d'échange cationique du sol et retient les nutriments assimilables par les plantes. Ainsi, la matière organique constitue un réservoir de nutriments lentement assimilables.

La teneur en matière organique du sol n'est pas une donnée utilisée pour effectuer des recommandations de fertilisation, mais elle joue néanmoins un rôle important dans la fertilité du sol.

Ainsi, en général, le carbone organique présent dans le sol est mesuré, puis le résultat obtenu est transformé pour obtenir la matière organique présente en prenant comme référence que 58 % du carbone organique de l'humus du sol constitue la matière organique.

1. DOMAINE D'APPLICATION

Cette méthode est utilisée pour déterminer la matière organique dans les sols agricoles par dosage du carbone organique présent selon la méthode Walkley-Black modifiée.

Le domaine d'étalonnage se situe entre 1 et 20 % de matière organique.

2. PRINCIPE ET THÉORIE

La méthode Walkley-Black repose sur le principe que le bichromate de potassium oxyde le carbone contenu dans le sol. Le bichromate de potassium change de couleur selon la quantité de produits réduits et ce changement de couleur peut être comparé à la quantité de carbone organique présent dans le sol.

Cette méthode permet de mesurer le carbone organique. Elle ne peut être utilisée si les sols contiennent plus de 20 % de matière organique.

3. FIABILITÉ

Les termes suivants sont définis dans le document DR-12-VMC, intitulé « Protocole pour la validation d'une méthode d'analyse en chimie ».

3.1. INTERFÉRENCE

Sans objet.

3.2. LIMITE DE DÉTECTION

Aucune donnée statistique n'est disponible.

3.3. LIMITE DE QUANTIFICATION

Aucune donnée statistique n'est disponible.

3.4. SENSIBILITÉ

Aucune donnée statistique n'est disponible.

3.5. FIDÉLITÉ

3.5.1. Réplicabilité

Aucune donnée statistique n'est disponible.

3.5.2. Répétabilité

Aucune donnée statistique n'est disponible.

3.6. JUSTESSE

Aucune donnée statistique n'est disponible.

3.7. POURCENTAGE DE RÉCUPÉRATION

Sans objet.

4. **CONSERVATION DES ÉCHANTILLONS**

Prélever les échantillons dans des contenants en plastique ou dans des boîtes de carton ciré exempts de contamination.

Aucun agent de conservation n'est requis et les échantillons peuvent être conservés à la température ambiante. Le délai de conservation entre le prélèvement et l'analyse ne doit pas excéder 6 mois.

5. **APPAREILLAGE**

5.1. Burette

5.2. Agitateur magnétique

5.3. Titramètre automatique ou spectrophotomètre

5.4. Balance

6. RÉACTIFS ET ÉTALONS

Tous les réactifs commerciaux utilisés sont de qualité A.C.S., à moins d'indication contraire.

L'eau utilisée pour la préparation des réactifs et des étalons est de l'eau distillée ou déminéralisée.

- 6.1. Dichromate de potassium, $K_2Cr_2O_7$ (CAS n° 7778-50-9)
- 6.2. Sulfate ferreux, $FeSO_4 \cdot 7H_2O$ (CAS n° 7782-63-0)
- 6.3. Acide sulfurique concentré (96 %), H_2SO_4 (CAS n° 7664-93-9)
- 6.4. Diphenylamine sulfonate de barium 0,10 % P/V, $C_{24}H_{20}BaN_2O_6S$ (CAS n° 6211-24-1)
- 6.5. Acide orthophosphorique concentré (85 %), H_3PO_4 (CAS n° 7664-38-2)
- 6.6. o-phénanthroline monohydrate, $C_{12}H_8N_2 \cdot H_2O$ (CAS n° 5144-89-8)

Note – Les réactifs utilisés dans cette méthode sont toxiques et doivent être éliminés en tant que déchets dangereux.

Préparation des réactifs

- 6.7. Dichromate de potassium 1 N

Dissoudre 49,04 g de dichromate de potassium (cf. 6.1) dans de l'eau et compléter le volume à 1 litre.

- 6.8. Sulfate ferreux 0,5 N

Dissoudre 140 g de sulfate ferreux (cf. 6.2) dans 500 ml d'eau, y ajouter 40 ml d'acide sulfurique concentré (cf. 6.3) et laisser refroidir. Compléter le volume à 1 litre avec de l'eau et bien mélanger.

- 6.9. Sulfate ferreux 0,4 N

Dissoudre 889 g de sulfate ferreux (cf. 6.2) dans 5 litres d'eau, y ajouter 120 ml d'acide sulfurique concentré (cf. 6.3) et laisser refroidir. Compléter le volume à 8 litres avec de l'eau et bien mélanger.

- 6.10. Indicateur ferroin

Dissoudre 14,85 g de o-phénanthroline monohydrate (cf. 6.6) et 6,95 g de sulfate ferreux (cf. 6.2) dans 1 litre d'eau.

7. PROTOCOLE D'ANALYSE

Pour toute série d'échantillons, les recommandations des « Lignes directrices concernant l'application des contrôles de la qualité en physico-chimie », DR-12-SCA-01, sont suivies afin de s'assurer d'une fréquence d'insertion adéquate en ce qui concerne les éléments de contrôle et d'assurance de la qualité (blanc, matériaux de référence, duplicata, etc.). Tous ces éléments d'assurance et de contrôle de la qualité suivent les mêmes étapes du protocole analytique que les échantillons.

Les renseignements sur la préparation des échantillons de sol agricole sont présentés dans le document intitulé « Préparation des échantillons de sol agricole ».

7.1. PRÉPARATION DE L'ÉCHANTILLON

L'échantillon de sol doit être broyé et tamisé à 0–11 mm (100 Mesh) pour cette méthode.

7.2. DOSAGE

7.2.1. Méthode au diphényl sulfonate de barium

- Peser 0,25 g de sol (100 Mesh) dans une fiole conique de 250 ml et y ajouter 10 ml de dichromate de potassium 1 N (*cf.* 6.7).
- Ajouter 20 ml d'acide sulfurique concentré (*cf.* 6.3), agiter vigoureusement pendant 1 minute et laisser reposer pendant 30 minutes.
- Ajouter 100 ml d'eau, 10 ml d'acide orthophosphorique concentré (*cf.* 6.5) et 2 ml de la solution indicatrice de diphénylamine sulfonate de barium (*cf.* 6.4).

Note – Le point de virage sera plus net avec l'addition de 500 ml d'eau au lieu de 100 ml.

- Titrer l'excès de dichromate de potassium avec le sulfate ferreux 0,5 N (*cf.* 6.8). Lors de l'apparition de la coloration violette ou bleue, titrer lentement jusqu'à la coloration finale verte.

Préparation des témoins

- Introduire, dans deux erlenmeyers, 10 ml de dichromate de potassium 1 N (*cf.* 6.7) et 20 ml d'acide sulfurique concentré (*cf.* 6.3). Bien agiter.
- Dans chacun des erlenmeyers, ajouter 100 ml d'eau, 10 ml d'acide orthophosphorique concentré (*cf.* 6.5) et 2 ml de la solution indicatrice de diphénylamine sulfonate de barium (*cf.* 6.4).

Note – Le point de virage sera plus net avec l'addition de 500 ml d'eau au lieu de 100 ml.

- Titrer l'excès de dichromate de potassium avec le sulfate ferreux 0,5 N (cf. 6.8). Lors de l'apparition de la coloration violette ou bleue, titrer lentement jusqu'à la coloration finale verte.

Note – Les témoins doivent être analysés juste avant le titrage des échantillons de sols.

Remarques : Si le titrage prend moins de 4 ml de sulfate ferreux 0,5 N (*i.e.* si plus de 80 % de dichromate est réduit), il faut analyser la matière organique par perte au feu.

Si le volume de titrant est proche du témoin, prendre une quantité plus importante de sol.

Si le point de virage est dépassé, ajouter 0,5 ml de la solution de dichromate de potassium 1 N (cf. 6.7) et poursuivre le titrage.

7.2.2. Méthode à la ferroin

- Peser 0,25 g de sol (100 Mesh) dans une fiole conique de 250 ml et y ajouter 10 ml de dichromate de potassium 1 N (cf. 6.7).
- Ajouter 20 ml d'acide sulfurique concentré (cf. 6.3), agiter vigoureusement pendant 1 minute et laisser reposer pendant 30 minutes.
- Titrer l'excès de dichromate de potassium avec le sulfate ferreux 0,5 N (cf. 6.8). Lors de l'apparition de la coloration violette ou bleue, titrer lentement jusqu'à la coloration finale verte.

Note – Les témoins doivent être analysés juste avant le titrage des échantillons de sols.

Remarque : Si le point de virage est dépassé, ajouter 0,5 ml de la solution de dichromate de potassium 1 N (cf. 6.7) et poursuivre le titrage.

7.3. PRÉPARATION SPÉCIALE DE LA VERRERIE

Aucun soin autre que le lavage et le séchage de la verrerie n'est nécessaire pour la détermination du carbone organique (matière organique).

8. CALCUL ET EXPRESSION DES RÉSULTATS

Considérant que 1 ml de dichromate de potassium 1 N = 4 mg de carbone

$$\% C = \frac{\text{ml de dichromate potassium 1 N en excès} \times 0,004 \times 100}{\text{Poids du sol (g)}}$$

Considérant que la matière organique (M. O.) = C × 1,724

$$\% M.O. = \frac{\text{ml de dichromate potassium 1 N en excès} \times 0,0069 \times 100}{\text{Poids du sol (g)}}$$

où

ml de dichromate en excès = ml de sulfate ferreux utilisé comme témoin – ml de sulfate ferreux utilisé comme échantillon

9. CRITÈRES D'ACCEPTABILITÉ

Les termes utilisés dans cette section sont définis au document DR-12-SCA-01 et sont appliqués comme suit :

Pour les matériaux de référence, les matériaux de référence certifiés, les duplicata et les replica, les critères sont définis par le responsable du laboratoire.

10. BIBLIOGRAPHIE

BLACK C.A. and D.D. EVAN, Methods of soil analysis, *American Society of Agronomy*, Part 2, Agronomy 9, 1965, p. 917-918.

CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC et MINISTÈRE DE L'AGRICULTURE, DES PÊCHERIES ET DE L'ALIMENTATION DU QUÉBEC, Préparation des échantillons de sol agricole, DR-12-PEA, Ministère de l'Environnement du Québec, 2003, 8 p.

CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC, Lignes directrices concernant l'application des contrôles de la qualité en physico-chimie, DR-12-SCA-01, Ministère de l'Environnement du Québec, 1996.

CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC, Protocole pour la validation d'une méthode d'analyse en chimie, DR-12-VMC, Ministère de l'Environnement du Québec, 2002, 27 p.

CONSEIL DES PRODUCTIONS VÉGÉTALES DU QUÉBEC, Détermination du carbone organique (Walkley-Black modifiée), Agdex 533, Méthode MA-1, juin 1988, 1 p.

WALKLEY A. and C. A. BLACK, An examination of the Degtjareff method for determining soil organic matter and a proposal modification of the chromic acid titration method, *Soil Science*, Volume 37, 1934, p. 29-38.