

## EXTRACTION DU FER LIBRE DES SOLS A SESQUIOXYDES PAR LA MÉTHODE DE DE ENDREDY PAR IRRADIATION A L'ULTRAVIOLET DE SOLUTIONS OXALIQUES\*

P. SEGALEN\*\*

avec la collaboration technique de Mme M.N. ICHTERTZ

### RÉSUMÉ

*La méthode de De Endredy, qui consiste à dissoudre les oxydes libres des sols dans une solution oxalique en irradiant cette solution avec un rayonnement ultraviolet, a été utilisée dans l'étude de sols à sesquioxides. Un temps d'éclairement, compris entre 1 et 3 h, convient à la plupart des échantillons. La décoloration obtenue est très convenable et les diagrammes X effectués sur les résidus indiquent que les produits cristallisés ferrugineux secondaires ont disparu. Les produits alumineux (hydroxydes et minéraux argileux) sont très peu affectés. Les sols rouges (ferrallitiques, ferrugineux tropicaux, fersiallitiques) et les andosols nécessitent un temps d'éclairement relativement court. Les sols jaunes (ferrallitiques ou fersiallitiques) nécessitent un temps plus long. La méthode paraît pouvoir être utilisée dans l'étude courante des sols.*

### ABSTRACT

*The method of estimation of free iron oxides in sesquioxidic soils, after De Endredy, has been used in the study of samples from various soil types of Africa, Madagascar and the Lebanon. The samples are suspended in Tamm's oxalic solution and irradiated with a 250 W mercury arc lamp. The most convenient time is 1 to 3 hours. The samples are correctly bleached and X ray diffraction patterns display no peaks for soil iron oxides or hydroxides. Hardly any alumina nor silica is dissolved; aluminium hydroxides and clay minerals still yield excellent diagrams. Red soils of different types dissolve readily (usually less than one hour) whereas yellow soils rich in goethite need three hours irradiation. This method can be easily adapted for routine determinations for soil iron oxides.*

---

\* Ce travail a été effectué avec une aide de la DGRST.

\*\* SSC de l'ORSTOM. Bondy.

## PLAN

1. INTRODUCTION
2. TECHNIQUE UTILISÉE
  - 2.1. Réactifs, matériel
  - 2.2. Mode opératoire
  - 2.3. Echantillons
3. MISE AU POINT DE LA MÉTHODE
  - 3.1. Données pratiques
  - 3.2. Temps d'éclairement
  - 3.3. Broyage
  - 3.4. Eléments autres que le fer
4. CONTRÔLE DE LA MÉTHODE
  - 4.1. Couleur
  - 4.2. Contrôle des résidus aux rayons X
5. RÉSULTATS OBTENUS
  - 5.1. Sols ferrallitiques
  - 5.2. Sols ferrugineux tropicaux
  - 5.3. Sols fersiallitiques
  - 5.4. Sols à allophane
6. CONCLUSIONS
7. BIBLIOGRAPHIE

## 1. INTRODUCTION

Lors de l'étude de la dissolution des produits ferrugineux par l'acide oxalique, DEB (1950), SCHOFIELD (1950) puis SCHWERTMANN (1964) observent que la mise en solution est accélérée par l'action de la lumière solaire. En fait, c'est le rayonnement ultraviolet qui est le plus efficace. Dès 1963, DE ENDREDY met au point une technique et propose une explication théorique pour rendre compte de la dissolution des produits ferrugineux.

La méthode proposée par DE ENDREDY a été reprise ici et appliquée à des sols à sesquioxydes des régions intertropicale et méditerranéenne. Différentes conditions d'emploi ont été examinées ; les résultats ont été contrôlés par l'examen des résidus au code de couleurs et aux rayons X. On pense que la méthode est aisément applicable aux sols des régions envisagées.

## 2. TECHNIQUE UTILISÉE

### 2.1. RÉACTIFS

Solution de Tamm (12,61 g d'acide oxalique ; 24,9 g d'oxalate d'ammonium, eau distillée q.s. pour 1 l).

Eau régale (2 volumes d'acide chlorhydrique, 1 volume d'acide nitrique).

Acide chlorhydrique concentré.

#### *Matériel*

Un réduit étanche, avec l'interrupteur à l'extérieur, est aménagé ; une lampe à vapeur de mercure de 250 W, munie d'un réflecteur et entourée d'un cylindre de papier blanc fort, est disposée au-dessus de quatre cristallisoirs en pyrex de 8 cm de diamètre disposés aux sommets d'un carré. Le sol à étudier est placé, avec la liqueur de Tamm, dans le cristallisoir et bien étalé dans le fond de celui-ci. La hauteur de la base de la lampe au-dessus du niveau du liquide est de 5,5 cm. Il est inutile d'agiter le sol et la solution ; on risque des projections sans augmenter le rendement de l'opération.

### 2.2. MODE OPÉRATOIRE

500 mg de sol passé au tamis de 2 mm ou mieux broyés à 200  $\mu$  sont placés dans le cristallisoir.

100 ml de réactif de Tamm sont ajoutés à l'aide d'un jaugeur automatique ; agiter doucement de manière à ce que le sol soit bien imbibé et étalé au fond du récipient.

Mettre la lampe en marche (il faut chauffer celle-ci un quart d'heure avant le début des opérations). Laisser les échantillons exposés aux ultraviolets pendant deux heures\*.

La lampe est alors éteinte, les cristallisoirs sortis et on transvase quantitativement leur contenu dans une fiole de 200 ml. On ajuste avec de l'eau distillée après refroidissement et on prélève 100 ml qu'on centrifuge pendant 5 mn à 3 000 tr/mn.

Le liquide clair ainsi obtenu est placé dans une fiole de plastique. Il servira au dosage des éléments en solution.

#### *Dosage du fer*

Prélever 5 à 50 ml de solution oxalique (suivant qu'on escompte qu'il y a beaucoup ou peu de fer).

Placer cette solution dans un bécher de 250 ml ; ajouter 30 ml d'eau régale, évaporer à sec sur plaque chauffante, reprendre par quelques millilitres si nécessaire ; traiter par quelques gouttes d'eau oxygénée à 110 V pour assurer la destruction de la matière organique.

\* Ce temps est celui qui a été retenu en moyenne pour les opérations. Cf. paragraphes suivants.

Reprendre par de l'eau distillée additionnée de 1 ml d'acide chlorhydrique concentré et faire passer la solution dans une fiole de 100 ml.

On procède sur cette solution au dosage du fer par colorimétrie.

### 2.3. ÉCHANTILLONS TRAITÉS

Ce sont les mêmes que ceux qui ont été utilisés pour les travaux antérieurs (SEGALEN, 1968 ; LEAL SILVA et SEGALEN, 1969). Il s'agit de sols ferrallitiques rouges ou jaunes, de sols ferrugineux tropicaux en provenance de différents pays d'Afrique et de Madagascar, de sols rouges et bruns méditerranéens du Liban et d'andosols du Mont Cameroun.

## 3. MISE AU POINT DE LA MÉTHODE

### 3.1. DONNÉES PRATIQUES

Un certain nombre d'essais ont été effectués avec agitation par un barreau aimanté. Mais, pour utiliser des cristallisoirs à bords aussi bas que possible, il fallait que le barreau tourne à une vitesse très réduite. Le frottement du barreau sur l'échantillon se traduit par des irrégularités dans la rotation et inévitablement par des projections. L'agitation a été abandonnée sans inconvénient.

Les cristallisoirs sont placés aussi près que possible de la lampe, mais celle-ci provoque une concentration non négligeable des solutions. La hauteur de 5,5 cm a été retenue comme la meilleure.

Le placard est soigneusement calfeutré par des bandes de mousse de plastique qui empêchent toute perte de rayonnement. L'interrupteur se trouve placé à l'extérieur et la lampe peut être allumée ou éteinte, la porte fermée. Avant une série de mesures, on fait chauffer la lampe un quart d'heure.

On a essayé des lampes à 125 W et 250 W, la dernière a été retenue comme donnant les résultats le plus rapidement. On a essayé également différents temps d'éclairement, deux dimensions de grains sur la gamme complète des sols. On a dosé le fer, mais aussi l'alumine et la silice passées en solution. Les résidus solides ont été examinés aux rayons X et la couleur estimée au code Munsell.

### 3.2. INFLUENCE DU TEMPS D'ÉCLAIREMENT

Différents temps d'éclairement ont été essayés entre 15 mn et 3 h. Le temps maximum utilisé a été de 4 h. Les résultats obtenus sont portés sur les figures 4 à 8. Il s'agit des teneurs en fer extrait après le temps de traitement indiqué (et non de courbes cumulatives sur des échantillons différents), sur un seul échantillon. On constate immédiatement que les échantillons se répartissent en deux groupes. Pour le premier, la teneur en fer maximum est presque atteinte dès 30 mn ; prolonger le temps d'exposition n'augmente que très peu les résultats. Pour le second, les deux premiers temps d'éclairement sont sans grand effet ; le fer n'est mis en solution que graduellement. Il apparaît donc souhaitable de prendre comme temps minimum 2 h.

### 3.3. INFLUENCE DU BROYAGE

Un certain nombre d'échantillons ont été broyés et passés au tamis de 200  $\mu$ , puis soumis pendant 2 h aux rayons ultraviolets. Les résultats obtenus ont été comparés avec ceux fournis par les mêmes échantillons passés au tamis de 2 mm pendant le même temps.

TABLEAU 1

COMPARAISON DES TENEURS EN FER EXTRAIT % AVEC OU SANS BROYAGE

Tamis	MAD 1	HY 82	B 172	DIV 113	VIC	LIB	LIR	GOD 3
2 mm .....	15,3	12,0	11,2	8,6	16,0	9,6	8,4	3,0
200 $\mu$ .....	15,6	12,4	11,6	9,0	15,8	9,6	8,6	3,2

Ces résultats montrent une légère augmentation des teneurs extraites ; le broyage est donc toujours utile.

### 3.4. DISSOLUTION D'AUTRES ÉLÉMENTS QUE LE FER

Le dosage de l'alumine et de la silice a été effectué dans toutes les solutions après irradiation à l'ultraviolet. Alors que par la méthode Deb des quantités appréciables de silice et alumine passent en solution, on n'observe rien de semblable par cette méthode, à l'exception d'un petit nombre d'échantillons (tableau 2). Tous les autres ne fournissent que des traces non dosables.

TABLEAU 2

TENEURS EN ALUMINE ET SILICE PASSÉES EN SOLUTION APRÈS DEUX HEURES D'IRRADIATION

	MAD 1	HY 82	VIC	IDE
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> % .....	0,5	0,4	2,0	1,8
SiO <sub>2</sub> % .....	tr	tr	0,6	0,4

Par conséquent, le traitement envisagé ne porte que sur les produits ferrugineux. Seulement quatre échantillons sur les dix-huit essayés fournissent alumine et silice ; les deux échantillons d'andosols fournissent des teneurs importantes.

## 4. CONTROLE DE LA METHODE

Deux contrôles ont été effectués. Le premier, purement visuel, consiste à suivre la couleur au code Munsell. Le second, appuyé sur la diffractométrie des rayons X, consiste à suivre la disparition des pics des produits ferrugineux.

### 4.1. EXAMEN DE LA COULEUR

La couleur des échantillons a été suivie au code Munsell. On note pour la plupart d'entre eux un changement brutal de couleur : dès le premier traitement pour six échantillons, et le deuxième traitement

TABLEAU 3 (1)

COULEURS SUBJECTIVES AVANT ET APRÈS UN TRAITEMENT  
DE DEUX HEURES À L'ULTRAVIOLET

Echantillons	Sans traitement	2 h U.V.
<b>Sols ferrallitiques</b>		
MAD 1 .....	rouge foncé	brun très clair
HY 82 .....	orangé	jaunâtre
DIV 113 .....	rouge	blanc
C 146 .....	jaune	crème
YAP 15 .....	jaune-rouge	gris
B 172 .....	jaune	gris
G J .....	jaune	brun très clair
G R .....	rouge	gris
GOD 3 .....	rouge	gris
<b>Sols fersiallitiques</b>		
LIR .....	rouge	gris
LIB .....	jaune	gris
<b>Sols ferrugineux tropicaux</b>		
BLI 267 .....	jaune clair	blanc crème
ANG 3 .....	rouge	crème
GAR 33 .....	rouge	blanc
NR 32 .....	brun	gris
<b>Andosols</b>		
VIC .....	brun	brun clair
IDE .....	brun	noir

(1) Sans avoir recours à un code de couleurs, on peut, d'une manière purement subjective, faire la comparaison suivante entre les couleurs des échantillons avant et après le traitement de deux heures aux ultraviolets.

pour cinq autres. Les teintes rouges ou jaunes disparaissent à peu près complètement. Les teintes brunes des andosols sont conservées (tableaux 3 et 4).

Après le traitement de deux heures, la plupart des échantillons ne présentent plus que des teintes grises ou brun très clair, à l'exception des andosols. Sur dix-huit échantillons, quatorze ont pris une teinte suffisamment claire laissant penser que l'essentiel des produits ferrugineux est enlevé. Deux échantillons seulement (très riches en goethite) sont encore faiblement colorés en jaune, deux restent bruns. Par conséquent, dans l'ensemble, le traitement de deux heures paraît suffisant.

Les observations faites au code Munsell sont données au tableau 4. Par conséquent, en ce qui concerne la couleur, le changement est important et il a lieu souvent dès le premier quart d'heure, mais parfois après une heure. Il est parfaitement perceptible à l'œil.

TABLEAU 4

VARIATION DES COULEURS (AU CODE MUNSELL), SUIVANT LE TEMPS D'IRRADIATION AUX ULTRAVIOLETS. LE DOUBLE TRAIT INDIQUE LE MOMENT OU LE CHANGEMENT DE COULEUR MAJEUR SE PRODUIT

	Temps d'irradiations aux ultra-violets						
	0	1/4 h	1/2 h	3/4 h	1 h	2 h	3 h
<b>Sols ferrallitiques</b>							
MAD 1 .....	5 YR 4/6	7,5 YR 5/2	7,5 YR 6/4	7,5 YR 6/4	7,5 YR 6/4	7,5 YR 6,4	5 YR 7/3
GOD 3 .....	2,5 YR 6/8	5 YR 6/6	10 YR 8/2	10 YR 8/2	10 YR 8/2	10 YR 8/2	10 YR 9/2
HY 82 .....	5 YR 6/6	2,5 Y 8/4	2,5 Y 8/4	10 YR 7/2	10 YR 8/4	10 YR 8/4	10 YR 7/4
DIV 113 .....	2,5 YR 5/8	2,5 YR 5/8	2,5 Y 8/2	2,5 Y 8/2	2,5 Y 8/2	2,5 Y 8/2	2,5 Y 8/2
YAP 15 .....	7,5 YR 6/6	7,5 YR 8/6	10 YR 8/1	7,6 YR 8/0	7,5 YR 8/0	7,5 YR 8/0	7,5 YR 8/0
C 146 .....	7,5 YR 6/8	7,5 YR 6/8	7,5 YR 6/8	10 YR 7/6	10 YR 8/6	10 YR 8/6	10 YR 8/2
B 172 .....	10 YR 6/8	7,5 YR 6/8	7,5 YR 6/8	10 YR 7/6	10 YR 7/4	2,5 YR 8/4	2,5 Y 8/2
GR .....	5 YR 4/6	5 YR 5/4	5 Y 7/3	5 Y 8/2	5 Y 8/2	5 Y 8/2	7,5 YR 7/2
GJ .....	10 YR 5/8	10 YR 6/6	10 YR 7/4	10 YR 7/4	10 YR 7/3	10 YR 7/2	5 Y 8/2
<b>Sols ferrugineux tropicaux</b>							
ANG 3 .....	5 YR 6/8	5 YR 6/8	10 YR 8/2	10 YR 8/2	10 YR 8/2	10 YR 8/2	10 YR 8/2
GAR 33 .....	2,5 YR 5/8	10 YR 8/2	10 YR 8/2	10 YR 8/2	10 YR 8/1	10 YR 8/1	10 YR 8/1
NR 32 .....	7,5 YR 6/4	7,5 YR 6/2	7,5 YR 6/2	7,5 YR 6/2	7,5 YR 6/2	10 YR 6/2	10 YR 6/2
LIR .....	5 YR 5/6	10 YR 7/2	10 YR 7/2	10 YR 7/2	10 YR 7/2	2,5 YR 7/2	2,5 Y 7/2
LIB .....	10 YR 6/6	2,5 Y 7/2	2,5 Y 7/2	2,5 Y 7/2	2,5 Y 7/2	2,5 Y 7/2	2,5 Y 7/2
BLI 267 .....	10 YR 7/4	7,5 YR 8/2	7,5 YR 8/2	7,5 YR 8/2	7,5 YR 8/2	7,5 YR 8/2	7,5 YR 8/2
<b>Andosols</b>							
VIC .....	10 YR 4/4	2,5 Y 5/2	10 YR 6/2	10 YR 5/4	10 YR 6/4	7,5 YR 5/4	7,5 YR 5/6
IDE .....	10 YR 3/2	10 YR 2/1	10 YR 8/1	10 YR 2/1	10 YR 2/1	10 YR 2/1	10 YR 2/1

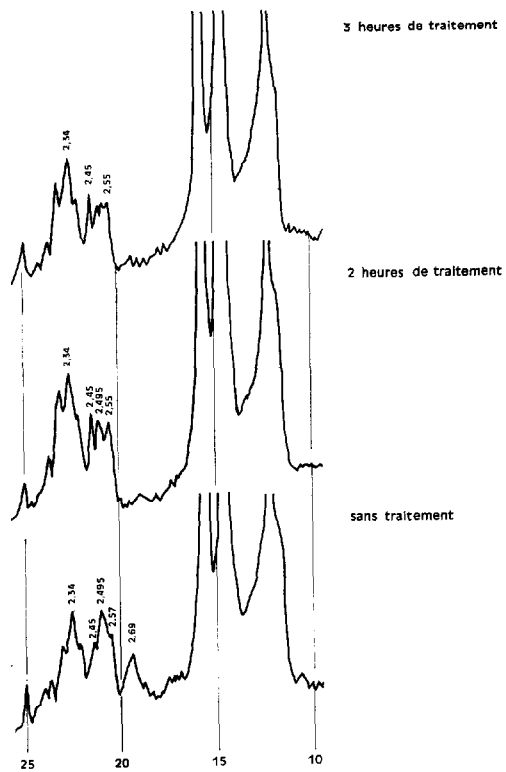


FIG. 1. — Disparition du pic à 2,69 Å par traitement des échantillons aux rayons ultraviolets DIV 113, sol ferrallitique (Côte d'Ivoire).

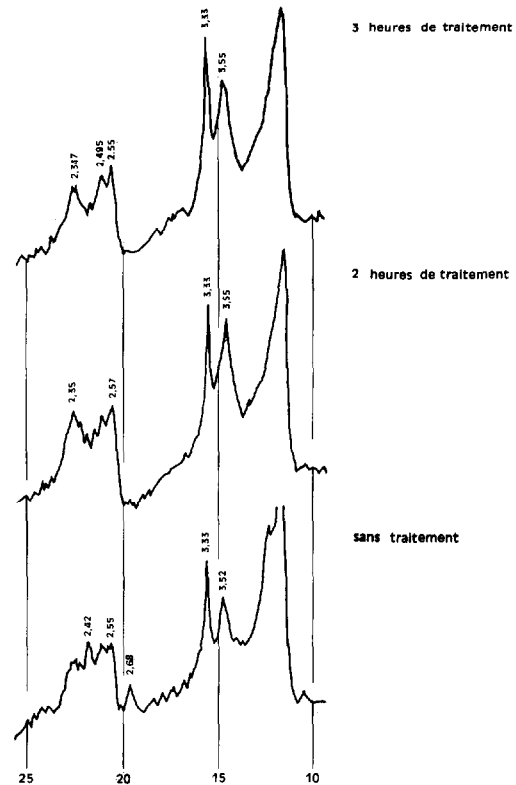


FIG. 2. — Disparition du pic à 2,69 Å par traitement des échantillons aux rayons ultraviolets LIR, sol rouge méditerranéen (Liban)

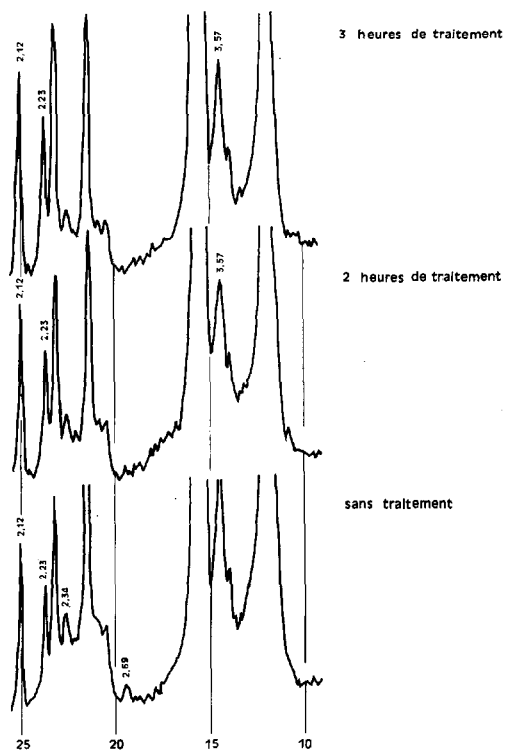


FIG. 3. — Disparition du pic à 2,69 Å par traitement des échantillons aux rayons ultraviolets ANG 3, sol ferrugineux tropical (Dahomey)



## 4.2. EXAMEN AUX RAYONS X

Tous les échantillons ont été examinés aux rayons X avant le traitement et après deux heures de traitement. Le pic à 2,69 Å a été pris comme référence. Sur le tableau 5 on constate qu'à de rares exceptions près le pic est supprimé après deux heures de traitement. Par conséquent, les produits ferrugineux essentiels (goéthite ou hématite) sont dissous et n'apparaissent plus sur les diagrammes. Un certain nombre de ceux-ci sont représentés sur les figures 1 à 3.

On peut donc considérer que dans la majorité des cas, la décoloration est assurée et les minéraux ferrugineux sont bien passés en solution.

## 5. RÉSULTATS OBTENUS

### 5.1. SOLS FERRALLITIQUES

L'étude de la dissolution du fer permet de classer les sols en deux catégories : les sols rouges et les sols jaunes.

Pour les premiers, la courbe oxyde de fer dissous en fonction du temps (fig. 4) permet de dire que pratiquement toute la fraction recherchée disparaît très rapidement, dès 30 mn. Un éclaircissement plus long n'amène pas d'augmentation sensible. La décoloration est brutale et rapide.

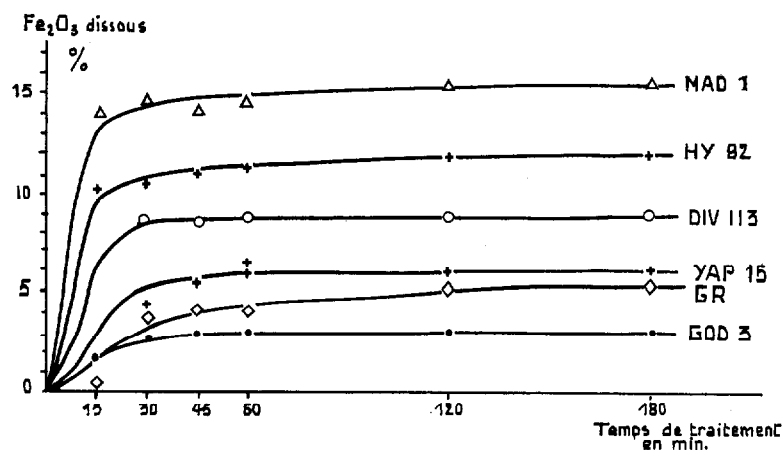


FIG. 4. — Dissolution du fer dans les sols ferrallitiques rouges

Il n'en est pas de même pour les sols jaunes (fig. 5). La mise en solution ne commence pas de la même façon. Jusqu'à 30 mn, très peu d'oxyde de fer est dissous ; la dissolution n'est vraiment importante qu'à partir de deux heures. La décoloration est graduelle et parfois incomplète.

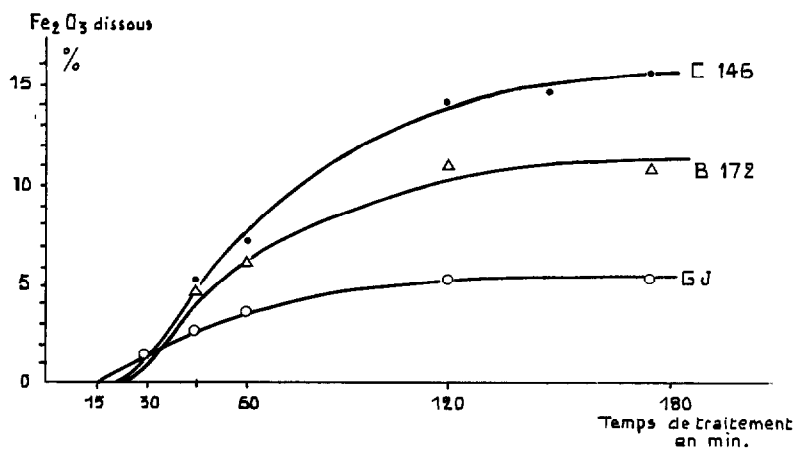


FIG. 5. — Dissolution du fer dans les sols ferrallitiques jaunes

TABLEAU 5

COMPORTEMENT DU PIC 2,69 Å APRÈS DIVERS TRAITEMENTS AUX RAYONS ULTRA-VIOLETS.

+++ : PIC DE PLUS DE 1 CM ; ++ : PIC DE 0,5 À 1 CM ; + : PIC DE MOINS DE 0,5 CM ; 0 : PAS DE PIC ; - : PIC TRÈS FAIBLE

Echantillons	Temps d'éclairement aux ultra-violet		
	Sans traitement	2 h	3 h
<b>Sols ferrallitiques</b>			
MAD 1 .....	+++	++	+
HY 82 .....	++	—	0
DIV 113 .....	+	0	0
C 146 .....	++	—	0
YAP 15 .....	+	0	0
B 172 .....	++	0	0
GJ .....	+	0	0
GR .....	++	0	0
GOD 3 .....	+	0	0
<b>Sols fersiallitiques</b>			
LIR .....	+	—	0
LIB .....	+	0	0
<b>Sols ferrugineux tropicaux</b>			
BLI .....	—	0	
ANG 3 .....	—	0	
GAR 33 .....	—	0	0
NR 32 .....	—	0	
<b>Andosols</b>			
VIC .....	—	0	
IDE .....	+	0	

On peut donc penser que pour les sols rouges, le temps d'éclairement peut être fixé à une heure, quelle que soit la teneur en fer, tandis que pour les sols jaunes, on peut recommander trois heures.

Les teneurs en fer ont été comparées (tableau 6) à celles obtenues par la méthode Deb. Ces résultats montrent que les valeurs sont sensiblement du même ordre.

## 5.2. SOLS FERRUGINEUX TROPICAUX

Les résultats obtenus par étude des échantillons de sols ferrugineux tropicaux montrent qu'ils se comportent comme les sols ferrallitiques rouges. La dissolution est achevée dès 30 mn d'irradiation, la quantité dissoute n'augmente pas avec le temps d'éclairement (fig. 6). La décoloration est rapide ; il est vrai que les teneurs sont faibles.

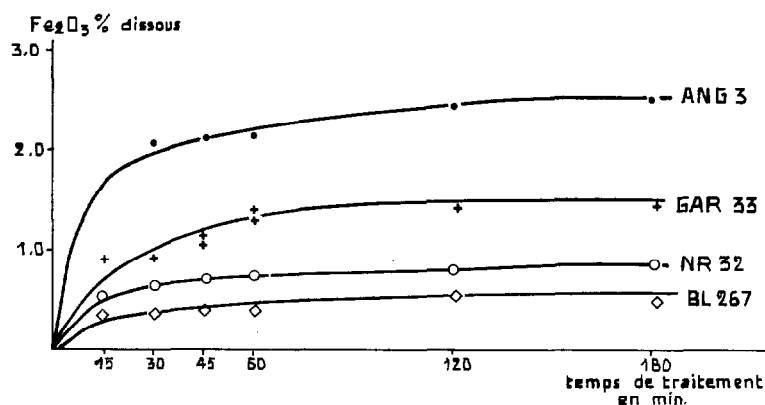


FIG. 6. — Dissolution du fer dans les sols ferrugineux tropicaux

## 5.3. SOLS FERRALLITQUES

Les sols ferrallitiques rouges (fig. 7) ont un comportement analogue à celui des sols ferrallitiques rouges ou ferrugineux tropicaux, à savoir que la quantité de fer dissoute n'augmente pas avec le temps d'éclairement.

Par contre, le sol brun méditerranéen LIB se comporte comme un sol ferrallitique jaune. La dissolution augmente graduellement avec le temps d'éclairement ; la quantité dissoute ne se stabilisant qu'après deux heures d'éclairement

Dans un cas la décoloration est rapide, dans l'autre elle est graduelle. Les résultats obtenus sont comparés avec ceux de la méthode Deb au tableau 8.

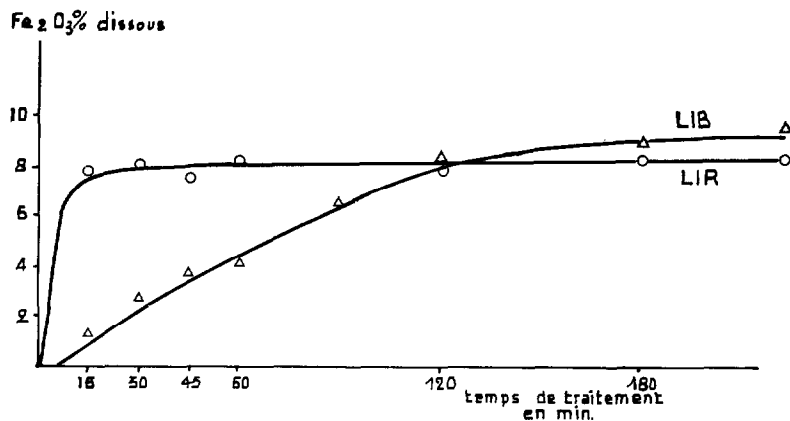


FIG. 7. — Dissolution du fer dans les sols fersiallitiques

#### 5.4. SOLS A ALLOPHANE

Malgré leur couleur foncée, le comportement des sols à allophane est celui des sols rouges (fig. 8). Tout le fer est dissous dès 30 mn d'éclaircissement. Mais la couleur reste foncée. Elle est due à la matière organique.

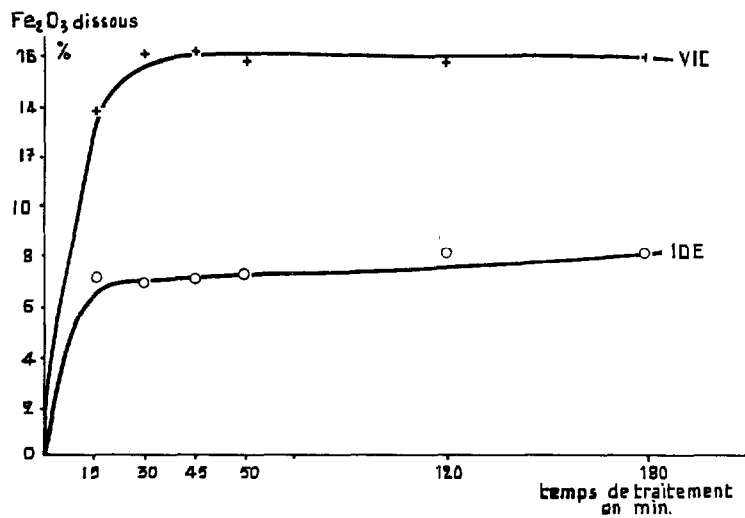


FIG. 8. — Dissolution du fer dans les sols à allophane

TABLEAU 6

COMPARAISON ENTRE LES RÉSULTATS OBTENUS PAR LES MÉTHODES DEB ET DE ENDREY SUR LES ÉCHANTILLONS EXAMINÉS. LES RÉSULTATS DEB PRÉSENTÉS ICI SONT OBTENUS EN TRAITANT UN ÉCHANTILLON UN NOMBRE VARIABLE DE FOIS (3 À 15) JUSQU'À CE QU'IL N'Y AIT PLUS D'EXTRACTION DE FER

Echantillons	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> % dissous	
	DEB	DE ENDREY
<i>Solles ferrallitiques</i>		
<i>Rouges</i>		
MAD 1 .....	17,0	15,2
HY 82 .....	13,7	11,8
DIV 113 .....	9,2	8,8
YAP 15 .....	5,4	6,0
GR .....	6,3	5,6
GOD 3 .....	3,2	3,0
<i>Jaunes</i>		
C 146 .....	15,0	15,8
B 172 .....	11,5	11,3
GJ .....	7,8	5,0
<i>Sols ferrugineux tropicaux</i>		
ANG 3 .....	2,8	2,55
GAR 33 .....	2,5	2,4
NR 32 .....	0,8	0,8
BLI 267 .....	0,5	0,5
<i>Sols fersiallitiques</i>		
BAN 9 .....	2,5	2,0
LIB .....	7,0	8,4
LIR .....	8,5	8,0
<i>Sols à allophane</i>		
VIC .....	5,5	8,0
IDE .....	16,0	15,8

## 6. CONCLUSIONS

La mise en œuvre de la méthode s'est révélée très commode. Une fois les échantillons en place sous la lampe, il suffit d'attendre deux heures pour que, dans la très grande majorité des cas, l'attaque soit accomplie. La centrifugation, l'évaporation à sec et le traitement par eau régale et eau oxygénée, suivis par la colorimétrie peuvent être effectués immédiatement après. Sans hâte excessive, avec l'installation utilisée, huit échantillons peuvent être traités dans une journée. On doit pouvoir perfectionner cette installation en vue du traitement d'un nombre plus élevé d'échantillons. Les couleurs des échantillons subissent des variations très rapides. La décoloration peut être appréciée visuellement ou avec l'aide d'un

code des couleurs. Elle correspond bien au départ des produits ferrugineux que l'on peut suivre par diffractométrie des rayons X. Seuls les échantillons riches en matière organique perdent leur fer sans changer notablement de couleur. Du point de vue quantitatif, les résultats obtenus sont comparables à ceux de la méthode à l'hydrosulfite. L'attaque des minéraux argileux est très faible car les teneurs en alumine et silice solubilisées en même temps que le fer sont très faibles.

On peut donc la préconiser sous quelques réserves comme méthode de série, contrairement aux méthodes précédentes.

Il est intéressant de noter que les échantillons ont deux comportements différents vis-à-vis des rayons ultraviolets. Dans un premier cas, la dissolution est complète dès 30 mn d'éclairement, indépendamment des teneurs ; une augmentation du temps d'éclairement ne se traduisant pas par une augmentation du fer dissous. Ce sont des sols rouges qui ont ce comportement, quel que soit leur type pédologique. Malgré un contenu en produits cristallisés très différents, ils ont tous en commun une quantité appréciable de produits amorphes. C'est le cas également des sols à allophane qui renferment beaucoup de produits amorphes. Les sols jaunes sans produits amorphes et riches en goéthite sont plus difficiles à décolorer et un temps d'éclairement de 2 à 3 h est nécessaire. Par conséquent, il semble bien que les produits amorphes favorisent la dissolution des produits ferrugineux.

On peut donc préconiser l'emploi de la technique de De Endredy pour la détermination du fer libre comme détermination de routine. Pour les sols rouges, 1 h d'éclairement est nécessaire ; pour les sols jaunes, il est préférable d'éclairer 2 à 3 h.

*Manuscrit déposé le 25 octobre 1970*

## BIBLIOGRAPHIE

- DEB (B.-C.), 1950. — Estimation of free iron oxides in soils and clays and their removal. *J. Soil Sci.*, I, 2, pp. 212-220.
- DE ENDREDY (A.-S.), 1963. — Estimation of free iron oxides in soils and clays by a photolytic method. *Clay Miner. Bull.*, 29, 5, pp. 209-217.
- SCHOFIELD (R.-K.), 1950. — Effect of pH on electric charges carried by clay particles. *J. Soil Sci.*, I, 1, pp. 1-8.
- SCHWERTMANN (U.), 1964. — Differenzierung der Eisenoxide des Bodens durch Extraktion mit Ammonium oxalat Lösung. *Z. Pflanzenernähr. Düngung Bodenkd.*, 105, 3, pp. 194-202.
- SEGALEN (P.), 1968. — Note sur une méthode de détermination des produits minéraux amorphes dans certains sols à hydroxydes tropicaux. *Cah. ORSTOM, sér. Pédol.*, VI, 1, pp. 105-126.
- SEGALEN (P.), LEAL SILVA (J.-N.), 1969. — Le fer, le manganèse, l'aluminium et la silice facilement extractibles dans les sols tropicaux à hydroxydes. *Cah. ORSTOM, sér. Pédol.*, VII, 3, pp. 287-310.